

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Marcel LOCATELLI

REALISATION D'UN APPAREIL POUR L'ETUDE DE L'ATTENUATION
DES HYPERSONS DE 10^{10} Hz A TEMPERATURE VARIABLE DE 4,2 °K A 50 °K
ET SOUS CHAMPS MAGNETIQUES ELEVES

Soutenue le 13 juin 1969, devant la Commission d'Examen

MM. M. SOUTIF

Président

B. DREYFUS

A. LACAZE

Examineurs

L. BOCHIROL

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Marcel LOCATELLI

REALISATION D'UN APPAREIL POUR L'ETUDE DE L'ATTENUATION
DES HYPERSONS DE 10^{10} Hz A TEMPERATURE VARIABLE DE $4,2^{\circ}\text{K}$ A 50°K
ET SOUS CHAMPS MAGNETIQUES ELEVES

Soutenue le 13 juin 1969, devant la Commission d'Examen

MM. M. SOUTIF

Président

B. DREYFUS

A. LACAZE

Examineurs

L. BOCHIROL

THÈSE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR



REALISATION D'UN APPAREIL POUR L'ETUDE DE L'ATTENUATION
DES HYPERONS DE 10^{10} IN A TEMPERATURE VARIABLE DE 4.2 K A 40 K
ET SOUS CHAMPS MAGNETIQUES ELEVES

M. BOUTIN
R. DIEZEL
A. LACAZE
J. ROCHER

FACULTE DES SCIENCES DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

DOYEN HONORAIRE : Monsieur MORET

DOYEN : Monsieur BONNIER

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	NEEL Louis	Physique Expérimentale
	HEILMANN René	Chimie Organique
	KRAVTCHEKNO Julien	Mécanique Rationnelle
	CHABAUTY Claude	Calcul différentiel et intégral
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	CHENE Marcel	Chimie Papetière
	FELICI Noël	Electrostatique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	BARBIER Reynold	Géologie Appliquée
	SANTON Lucien	Mécanique des Fluides
	OZENDA Paul	Botanique
	FALLOT Maurice	Physique Industrielle
	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques
	GALVANI O.	Mathématiques
	MOUSSA André	Chimie Nucléaire
	TRAYNARD Philippe	Chimie Générale
	SOUTIF Michel	Physique Générale
	CRAYA Antoine	Hydrodynamique
	REULOS René	Théorie des Champs
	BESSON Jean	Chimie Minérale
	AYANT Yves	Physique Approfondie
	GALLISSOT	Mathématiques
Mlle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques
	BOUCHEZ Robert	Physique Nucléaire
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	BONNIER Etienne	Electrochimie et Electrometallurgie
	DESSAUX Georges	Physiologie Animale
	PILLET E.	Physique Industrielle et Electrotechnique
	YOCOZO Jean	Physique Nucléaire Théorique
	DEBELMAS Jacques	Géologie Générale
	GERBER Robert	Mathématiques
	PAUTHENET R	Electrotechnique
	YAUQUOIS Bernard	Calcul Electronique
	BARJON Robert	Physique Nucléaire
	BARBIER Jean-Claude	Physique
	SILBER R.	Mécanique des Fluides
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	KLEIN Joseph	Mathématiques
	VAILLANT François	Zoologie et Hydrobiologie
	ARNAUD Paul	Chimie
	SENGEL Philippe	Zoologie
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la Cellulose
	BRISSENEAU P.	Physique
	GAGNAIRE Didier	Chimie Physique
Mme	KOFLER Lucie	Botanique
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	PEBAY-PEROUA Jean-Claude	Physique
	RASSAT André	Chimie Systématique
	DUCROS Pierre	Cristallographie Physique
	DODU Jacques	Mécanique Appliquée I.U.T.
	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des Fluides
	LACAZE Albert	Thermodynamique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	NAPP-ZINN	Botanique
	RODRIGUES Alexandre	Mathématiques
	STANDING Kenneth	Physique Nucléaire

MAITRES DE CONFERENCES

MM.	LANCIA Roland	Physique Automatique
	DEPORTES C.	Chimie
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques
	SARROT-REYNAUD J.	Géologie Propédeutique
	KAHANE André	Physique Générale
	DOLIQUE Jean-Michel	Electronique
	BRIERE Georges	Physique
	DESRE Georges	Chimie
	LAJZEROWICZ	Physique
	BERTRANDIAS J.P.	Mathématiques Appliquées
	LAURENT P.	Mathématiques Appliquées
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
	LONGUEUE J.P	Physique
	SOHN Jean Claude	Electrochimie
	ZADWORYN François	Electronique
	DURAND F.	Chimie Physique
	CARLIER Georges	Biologie Végétale
	AUBERT Georges	Physique
	DELPUCH Jean Jacques	Chimie Organique
	PFISTER Jean-Claude	Physique
	CHIBON P.	Biologie Animale
	IDELMAN S.	Physiologie Animale
	BOUVARD Maurice	Hydrologie
	RICHARD Lucien	Botanique
	PELMONT Jean	Physiologie Animale
	BLOCH Daniel	Electrotechnique I.P
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées I.P
	MOREAU René	Hydraulique I.P
	BRUGEL L.	Energétique I.U.T.
	SIBILLE R.	Construction Mécanique I.U.T.
	ARMAND Yves	Chimie I.U.T.
	BOLLIET Louis	Informatique I.U.T.
	KUHN Gérard	Energétique I.U.T.
	GERMAIN Jean-Pierre	Construction Mécanique I.U.T.
	CONTE René	Thermodynamique
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
Mlle	PIERY Yvette	Biologie Animale
	BERNARD Alain	Mathématiques Pures

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	SAWCZUK. A.	Mécanique des Fluides
	CHEEKE John	Thermodynamique
	YAMADA O.	Physique du Solide
	NATR Lubomir	Biologie Végétale
	NAYLOR Arch	Physique Industrielle
	SILBER Léo	Radioélectricité
	NOZAKI Akihiro	Mathématiques Appliquées
	RUTLEDGE Joseph	Mathématiques Appliquées
	DONOHU Paul	Physique Générale
	EGGER Kurt	Biologie Végétale

PROFESSEURS SANS CHAIRES

MM.	GIDON P.	Géologie et Minéralogie
	GIRAUD. P.	Géologie
	PERRET R.	Servomécanisme
Mme	BARBIER M.J.	Electrochimie
Mme	SOUTIF J.	Physique
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	DEPASSEL R.	Mécanique des Fluides
	CASTINEL Noël	Mathématiques Appliquées
	CLENAT René	Chimie
	BARRA Jean	Mathématiques Appliquées
	COUMES André	Electronique
	FERRIAUX Jacques	Géologie et Minéralogie
	ROBERT André	Chimie Papetière
	BIAREZ Jean	Mécanique Physique
	BONNET Georges	Electronique
	GAUQUIS Georges	Chimie Générale
	BONNETAIN Lucien	Chimie Minérale
	DEPOMMIER Pierre	Physique Nucléaire et Génie Atomique
	HACQUES Gérard	Calcul Numérique
	POLOUJADOFF Michel	Electrotechnique
Mme	KAHANE Josette	Physique
Mme	BONNIER J.M.	Chimie
	VALENTIN Jacques	Physique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques

TABLE DES MATIERES

	Pages
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I - PRINCIPES GENERAUX DU DISPOSITIF	3
I.1 - Etude de la propagation des hypersons dans le quartz	3
I.2 - Choix de la technique de mesure de l'atténuation	8
I.3 - Propagation dans les monocristaux	9
I.3.1 - Théorique	9
I.3.2 - Pratique	11
I.4 - Dispositif à température variable	13
I.5 - Conclusion	13
CHAPITRE II - REALISATION	17
II.A - PARTIE BASSES TEMPERATURES	17
II.A.1 - Ensemble à température variable de 4,2 °K à 50 °K	17
II.A.1.1 - Encombrement et disposition	17
II.A.1.2 - Calcul du circuit d'échange	18
II.A.1.2.1 - Evaluation de la quantité de chaleur à évacuer	18
II.A.1.2.1.1 - Pertes par conduction	18
II.A.1.2.1.2 - Pertes par rayonnement	19
II.A.1.2.1.3 - Pertes par convection	20
II.A.1.2.2 - Calcul de l'échangeur	20
II.A.1.2.2.1 - Echanges au niveau de la cavité à 50 °K	20
II.A.1.2.2.2 - Echanges au niveau de la cavité à 4,2 °K	23
II.A.1.2.2.3 - Echanges au niveau de la queue de la cavité	23
II.A.1.2.2.4 - Echange au niveau de la résistance de chauffage	25
II.A.1.2.2.5 - Echange au niveau de l'échantillon	25
II.A.2 - Mesure et régulation de la température	27
II.A.2.1 - Choix de la sonde	27
II.A.2.2 - Principe de la mesure et de la régulation	27
II.A.2.2.1 - Possibilités de régulation	27
II.A.2.2.2 - Circuits de principe de la régulation	29
II.A.2.2.3 - Réalisation des circuits	29
II.A.3 - Réalisation des circuits de vide et d'hélium	32
II.A.3.1 - Partie à température ambiante	32
II.A.3.2 - Partie à basse température	32
II.A.3.2.1 - Nacelle	
II.A.3.2.1.1 - Passage du gaz et des fils	32
II.A.3.2.1.2 - Liaisons étanches amovibles	33

II.A.3.2.2 - Enceinte	33
II.A.3.2.3 - Vanne froide	33
II.A.3.2.4 - Tête de montage	33
II.B - CIRCUITS HYPERFREQUENCES ET BOBINAGES SUPRACONDUCTEURS	35
II.B.1 - Principe du circuit hyperfréquence	35
II.B.2 - Réalisation de la cavité	35
II.B.3 - Appareillage	36
II.B.3.1 - Réception	39
II.B.3.2 - Mesure	
II.B.3.3 - Circuits d'accords	40
II.B.4 - Bobinage supraconducteur et alimentation	42
II.B.4.1 - Bobine pour champ longitudinal	42
II.B.4.2 - Bobine pour champ transversal	
II.B.4.3 - Alimentation 40 A	43
CHAPITRE III - RESULTATS EXPERIMENTAUX	
III.1 - ETUDE DES PERFORMANCES DE L'APPAREILLAGE	49
III.1.1 - Facteur de conversion η_g^{-1}	49
III.1.1.1 - Mesure de η_g^{-1}	49
III.1.1.2 - Variation de η_g^{-1} en fonction de x_o	49
III.1.1.2.1 - Détermination de x_o	49
III.1.1.2.2 - Résultats $\eta_g^{-1}(x_o)$	51
III.1.2 - Liaison quartz - échantillon	54
III.1.2.1 - Technique de collage classique	54
III.1.2.1.1 - Colles à prise lente	54
III.1.2.1.2 - Colle à prise rapide : cyanolite	54
III.1.2.2 - Nouvelle méthode de liaison	54
III.1.3 - Mise en température de la cellule de mesure	56
III.1.3.1 - Etalonnage de la diode	56
III.1.3.2 - Temps de mise en équilibre thermique	57
III.1.4 - Atténuation des hypersons dans le quartz en fonction de la température	59
III.1.5 - Raie de Fe^{2+} dans MgO	60
III.1.6 - Remarques sur les mesures de l'atténuation	62
CHAPITRE IV - ETUDE DE Mn^{3+} DANS Al_2O_3	65
IV.1 - Rappel	65
IV.2 - Résultats expérimentaux	65
IV.3 - Essai d'interprétation	67
CONCLUSION	69
BIBLIOGRAPHIE	71
ANNEXE AU CHAPITRE IV	73
REMERCIEMENTS	79

**REALISATION D'UN APPAREIL
POUR L'ETUDE DE L'ATTENUATION DES HYPERSONS DE 10^{10} Hz
A TEMPERATURE VARIABLE DE 4,2°K A 50°K
ET SOUS CHAMPS MAGNETIQUES ELEVES**

INTRODUCTION

Cette étude a été entreprise sur la proposition du regretté Professeur WEIL, en vue de compléter les mesures de conductibilité thermique aux basses températures effectuées au Service de Physico-Chimie et Basses Températures de Grenoble sur des cristaux dopés d'ions paramagnétiques fortement couplés au réseau. De tels ions (Mn^{3+} dans Al_2O_3 par exemple) ne peuvent pas être observés en Résonance Paramagnétique Electronique et la Résonance Paramagnétique Acoustique est alors une méthode très intéressante pour leur étude sous champ magnétique. Les valeurs du champ magnétique nécessaires ne sont pas très élevées, de l'ordre de 20 kG, mais il faut pouvoir faire varier l'orientation. Par ailleurs, les règles de sélection propres aux interactions ultrasons-spins peuvent permettre l'étude de transitions interdites en R.P.E.

D'autre part, Monsieur le Professeur DREYFUS avait indiqué l'intérêt de l'étude de l'atténuation d'hypersons dans les antiferromagnétiques (interaction phonons-magnons) ; la température doit alors être réglable de 4,2 à 50°K et il faut disposer de champs magnétiques élevés, de l'ordre de 60 kG.

Le problème était de réaliser un appareil permettant ces différentes études à une fréquence de 10 GHz.

Nous définissons les principes généraux du dispositif dans le chapitre I, tout d'abord en ce qui concerne la partie hyperfréquence : choix de la forme de la cavité et de la technique de mesure. Puis nous examinons le délicat problème de la géométrie des échantillons, ainsi que celui de la liaison quartz-échantillon. Nous définissons ensuite les grandes lignes du dispositif à température variable.

Le chapitre II est consacré à la description de la réalisation des différentes parties : ensemble à température variable, circuits hyperfréquences et bobinages supraconducteurs.

Dans le chapitre III, nous donnons les résultats des essais qui nous ont permis de tester et d'améliorer les performances de l'appareillage : mesure du facteur de conversion, vérification du fonctionnement du système à température variable, par l'étude de l'absorption dans le quartz en fonction de la température, utilisation d'une nouvelle technique de liaison quartz-échantillon, plus simple et plus facile à réussir que les techniques de collage

classiques, observation de la raie du Fe^{2+} dans MgO en R.P.A.

Dans un dernier chapitre IV, nous présentons les résultats de l'étude en R.P.A. de l'ion Mn^{3+} dans Al_2O_3 et un premier essai d'interprétation, en relation avec les résultats de conductibilité thermique aux basses températures.

CHAPITRE I

PRINCIPES GENERAUX DU DISPOSITIF

C'est BARANSKII [1], qui, le premier, a produit des ondes hypersonores à une fréquence de l'ordre de 1 000 Mégacycles dans un quartz placé dans la zone de très fort champ électrique d'une cavité électromagnétique. Il a remarqué, par une méthode de diffraction optique, que la propagation des ondes avait lieu quelle que soit la fréquence d'excitation du champ électrique.

Puis JACOBSEN [2] produit des ondes à une fréquence de l'ordre de 10 GHz, ce sont les hypersons ; la technique découle de celle de BARANSKII. L'extrémité d'un quartz (figure 1) est placée dans la région d'une cavité électromagnétique réentrante, où le champ est très intense. De façon générale, il peut être montré (BÖMMEL et DRANSFELD) [3] que les ondes ultrasonores sont toujours générées sur une discontinuité du système. Dans le cas qui nous intéresse, nous pouvons dire que l'extrémité libre du quartz se comporte comme une fine membrane produisant des vibrations mécaniques, qui se propagent dans le quartz. Cela revient à dire que seule la face libre du quartz est active. Le phénomène inverse assure la transformation des échos hypersonores en échos électromagnétiques.

I.1 - Etude de la propagation des hypersons dans le quartz (figure 1)

Cette étude a été effectuée dans de nombreux articles, et nous nous reportons à un article de H.E. BÖMMEL et DRANSFELD [3], qui donnent une description simplifiée du processus d'excitation.

Ils considèrent le champ électrique E concentré dans le volume V de la cavité, compris entre l'extrémité de l'âme centrale $x = 0$ et le fond de la cavité ; ils admettent que seule la composante E_x existe et que ce champ, de pulsation ω , subit une décroissance exponentielle $e^{-\gamma(x-x_0)}$ dans le quartz.

$$\text{En définitive } E_x = E_q e^{-\gamma(x-x_0)} \cos \omega t$$

Dans le cas d'un quartz de coupe x , le champ électrique E_x produit une contrainte

$$X_x = d_{II} C_{II} E_x$$

où d_{II} et C_{II} sont les constantes piezoélectrique et élastique du quartz.

La contrainte totale doit être nulle à la surface libre, d'où un déplacement u

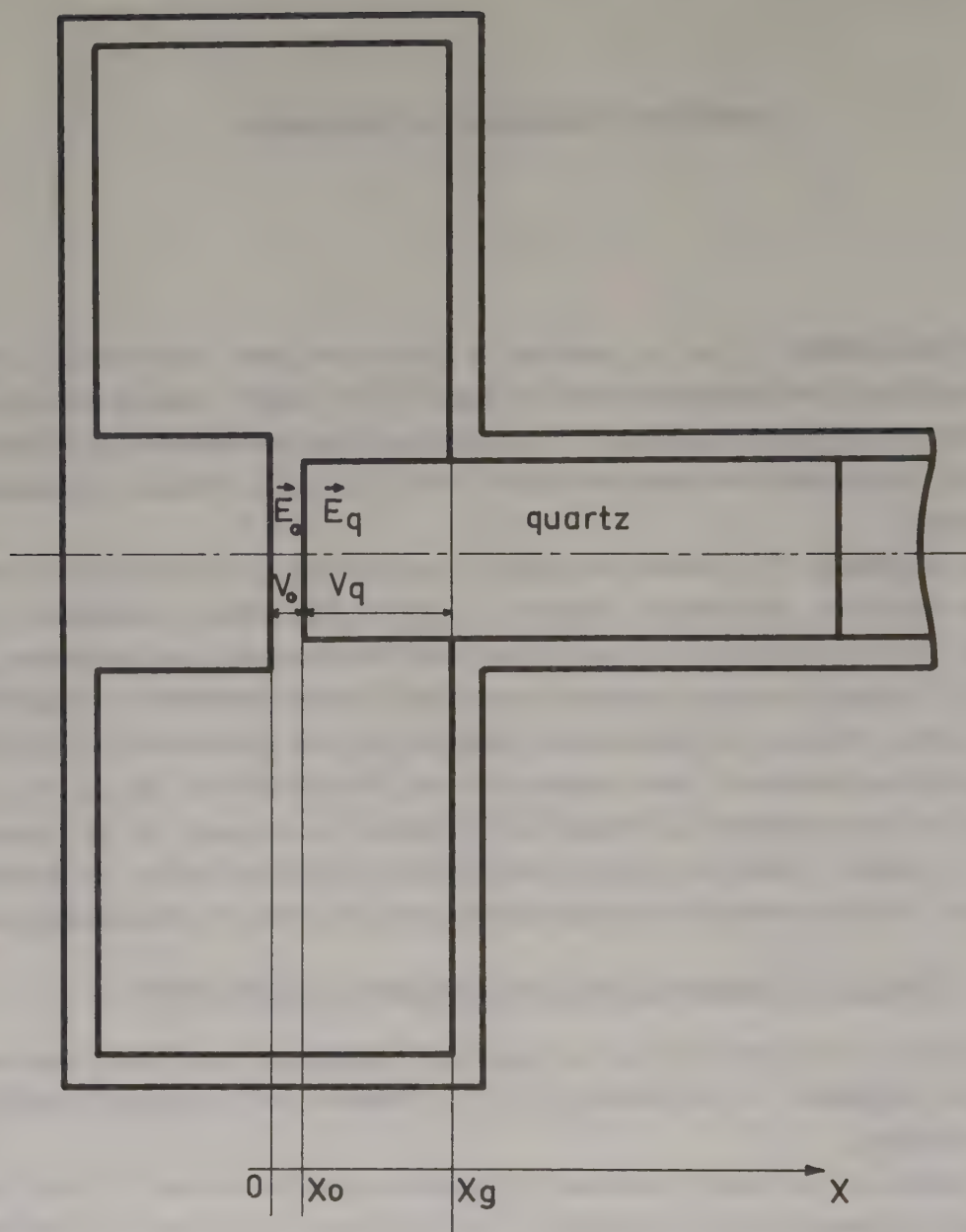


FIGURE N° 1

$$u = - d_{II} E_x$$

L'équation de propagation la plus simple vérifiant cette condition est de la forme

$$u = - d_{II} E_q \cos(\omega t - k(x - x_0)) e^{-\alpha(x - x_0)}$$

où k et α sont indépendants du champ.

L'énergie acoustique est égale au travail fourni par la contrainte x_x intégrée sur tout le volume du quartz. Pour une période, nous avons

$$\begin{aligned} W &= S \int_{t=0}^T \int_{x=x_0}^{\infty} x_x \frac{\partial u}{\partial x} dx dt \\ &= d_{II}^2 C_{II} E_q \frac{\pi S}{k} \text{ pour } (\alpha + \gamma)^2 \ll k^2 \end{aligned}$$

x_0 étant l'abscisse de la surface libre du quartz.

Ceci est équivalent au travail produit dans un volume de faible épaisseur par rapport à la longueur d'onde.

Par seconde, l'énergie sera égale à la puissance acoustique

$$\begin{aligned} P_{ac} &= \frac{\omega}{2\pi} \times W \\ &= \frac{1}{2} d_{II}^2 C_{II} S v E_q^2 \end{aligned}$$

où v est la vitesse du son, avec $k = \frac{\omega}{v}$

Si P_e est la puissance électrique incidente

$$Q_0 \text{ le facteur de surtension de la cavité } Q_0 = \frac{\omega W}{P_e}$$

$$\begin{aligned} W &= P_e \frac{Q_0}{\omega} = \frac{V_0 \xi_0 E_0^2}{8\pi} + \frac{\xi_0 \epsilon E_q^2}{8\pi} V_q \\ &= \frac{1}{8\pi} E_q^2 \xi_0 \epsilon [(\epsilon - 1) V_0 + V] \end{aligned}$$

ξ_0 : constante diélectrique du vide

ξ : - - relative du quartz

E_q : champ électrique dans le quartz

E_0 : - - dans le vide

V_0 : volume vide

V_q : volume du quartz

V : $V_0 + V_q$

$$\text{d'où } E_q^2 = \frac{8 \pi P Q_o}{\xi_o \xi [(\xi - 1) v_o + v]}$$

$$P_{ac} = \frac{4 \pi C_{II} d_{II}^2 v S Q_o}{\xi_o \xi [v_o (\xi - 1) + v]}$$

$$\text{en posant } K^2 = \frac{4 \pi C_{II} d_{II}^2}{\xi_o \xi}$$

$$\text{avec } x_o = \frac{v_o}{S}, \quad x_g = \frac{v}{S}$$

$$\frac{P_{ac}}{P_e} = r = \frac{K^2 v Q_o}{\omega [x_o (\xi - 1) + x_g]}$$

DRANSFELD et BÖMMEL [3] ont aussi montré, par des considérations d'équilibre thermique entre le quartz et les résistances équivalentes de la cavité et de sa ligne d'alimentation, que le rendement de la transformation inverse (acoustique → électromagnétique) est le même.

Ceci nous permet de déterminer le rendement global :

$$\eta_g = \left\{ \frac{K^2 v Q_o}{\omega [x_o (\xi - 1) + x_g]} \right\}^2$$

Son ordre de grandeur pour $\omega = 2 \cdot 10^{10}$ est $\eta_g = 10^{-6}$, avec

$$K^2 = 10^{-2}$$

$$x_g = 10^{-1} \text{ cm}$$

$$x_o = 0$$

$$v = 6 \times 10^5 \text{ cm/s}$$

Cette valeur est très faible, nous nous attacherons donc à la rendre optimale. Pour cela, nous allons considérer les différents paramètres intervenant dans le calcul :

$$\eta_g = \left\{ \frac{K^2 v Q_o}{\omega_o [x_o (\xi - 1) + x_g]} \right\}^2$$

$$K^2 = 4 \pi d_{II}^2 C_{II} / \xi \xi_o$$

ω_o est fixée

d_{II} , C_{II} , ξ , v sont les caractéristiques du quartz ; nous devons donc rechercher des monocristaux ayant de très bonnes propriétés piézoélectriques, élastiques et diélectriques. De plus, il faudra appliquer des techniques de taille et de polissage altérant le moins possible ces propriétés.

Q_o , x_o , x_g sont les caractéristiques de la cavité ; nous voyons que nous avons ici la possibilité d'optimiser la valeur de η_g par le choix de la cavité.

Avant cela, nous devons faire une remarque sur le calcul de η_g : nous avons considéré que l'énergie électrique de la cavité était concentrée dans le volume V seulement, FUJISAWA [4] a montré au contraire que l'énergie électrique en dehors de V n'était pas négligeable. Pour tenir compte de cette remarque, nous devons multiplier r par un coefficient $a < 1$. CARR [5] propose une méthode de perturbation pour la détermination de a .

Cette méthode est basée sur l'invariance du rapport de l'énergie moyenne dans la cavité par rapport à la fréquence de résonance. Dans notre cas, un faible déplacement Δx du quartz entraîne une variation Δf de la fréquence :

$$\frac{\overline{\Delta W}}{\overline{W_o}} = \frac{\Delta f}{f_o}$$

Pour $x_o \ll x_g$, la participation du champ transversal est faible

$$\overline{W_o} = \overline{W_V} + \overline{W_c}$$

$\overline{W_V}$ énergie moyenne dans V , $\overline{W_c}$ énergie moyenne dans le reste de la cavité.

$$\frac{\overline{\Delta W_o}}{\Delta x_o} = \frac{\overline{\Delta W_V}}{\Delta x_o} + \frac{\overline{\Delta W_c}}{\Delta x_o}$$

pour $x_o \ll x_g$ $\frac{\overline{\Delta W_c}}{\Delta x_o} \neq 0$

Par ailleurs, le champ magnétique dans V est très faible, donc

$$\overline{\Delta W_o} = \frac{1}{8\pi} \xi_o \xi (\xi - 1) \Delta x E_q^2(x_o) S$$

$$- \frac{1}{f_o} \frac{\Delta f}{\Delta x} = \frac{\xi_o \xi (\xi - 1)}{8\pi \overline{W_o}} E_q^2(x_o) S$$

$$= s(x_o)$$

d'où

$$r = \frac{P_{ac}}{P_e} = \frac{K^2 v s(x_o) Q_o}{\omega_o (\xi - 1)}$$

Nous avons
$$r = a \frac{K^2 v Q_0}{\omega_0 [x_0 (\xi - 1) + x_g]}$$

soit
$$a = \frac{S(x_0)}{(\xi - 1)} [x_0 (\xi - 1) + x_g]$$

avec
$$S(x_0) = - \frac{\Delta f}{f_0 \Delta x_0}$$

Ceci réduit les paramètres pour le choix de la cavité, nous devons donc rechercher :

$$\begin{array}{|l} Q_0 \text{ maximum} \\ \hline - \frac{\Delta f}{\Delta x_0} \text{ maximum} \end{array}$$

La seconde condition est une caractéristique des cavités réentrantes ; il existe deux types de telles cavités, l'un radial, l'autre axial. La définition du type et des dimensions est assez délicate ; si l'on considère le paramètre $-\frac{\Delta f}{\Delta x_0}$, cela nécessite une étude complète de ces cavités. Nous avons simplement recherché une cavité, dont le volume V soit le plus important possible par rapport au volume total de la cavité et présentant un excellent coefficient de surtension Q_0 . Pour cela, nous nous sommes reportés aux études déjà faites [6], concernant des cavités pour klystrons.

1.2 - Choix de la Technique de Mesure de l'atténuation

Nous désirons observer l'absorption des hypersons dans divers monocristaux. Comme nous l'avons vu, les vibrations sont produites par un quartz piézoélectrique placé dans une cavité émettrice (vibrations longitudinales coupe x , vibrations transversales coupe ac). L'échantillon à étudier est relié au quartz pour assurer son excitation et on détecte le signal après traversée de l'échantillon par un second quartz placé dans une cavité réceptrice (figure 2a).

Une première solution consiste à envoyer un signal continu et à étudier l'amplitude du signal transmis. Cette méthode présente des inconvénients importants, compte tenu du rendement très faible ($\eta_g \approx 10^{-6}$) et de la limite de sensibilité des détecteurs, il est nécessaire d'utiliser une source d'excitation très puissante, les phénomènes à étudier risquent d'être alors rapidement saturés et la dissipation d'énergie élevée dans la cavité conduit à une forte consommation de fluide cryogénique.

Ces inconvénients sont évités par la méthode des échos pulsés, utilisée par la majorité des expérimentateurs. Un signal électromagnétique pulsé de très faible durée, avec un

faible taux de répétition, est utilisé pour l'excitation. L'énergie d'excitation est alors faible, ce qui permet le retour à l'état normal entre deux impulsions et la réduction de l'énergie dissipée dans la cavité.

Deux dispositifs d'études sont alors possibles : par transmission ou par réflexion.

Dans le premier cas, on utilise deux cavités et deux circuits différents pour l'émission et la réception (figure 2a).

Dans le deuxième cas, une seule cavité est commune à l'émission et à la réception (figure 2b).

Le premier dispositif permet de bien isoler l'émission et la réception et assure donc la protection du récepteur contre le signal d'émission, mais il nécessite deux cavités, deux liaisons quartz - échantillon (problème très délicat) et des circuits parfois doublés.

Le second dispositif nécessite l'emploi d'éléments d'isolement et de protection entre l'émission et la réception (figure 2b), mais il est beaucoup plus simple et se développe de plus en plus grâce à l'apparition d'éléments d'isolement et de protection très efficaces.

Dans le cas de notre étude (mesures à température variable et sous champ magnétique intense) la seconde solution nous permet d'opter pour une solution originale du dispositif à température variable (qui sera décrit dans un prochain paragraphe) et d'utiliser des bobinages supraconducteurs en raison du faible volume de la cellule de mesure.

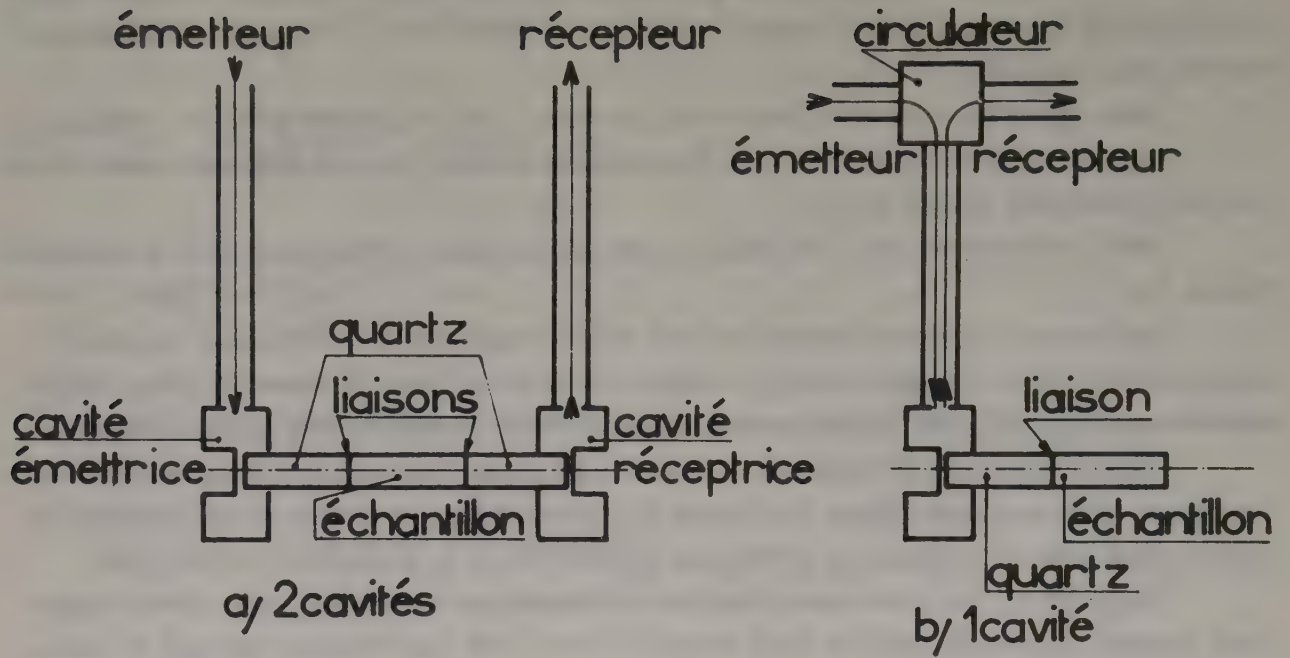
1.3 - Propagation dans les monocristaux

1.3.1 - La propagation des ondes hypersonores dans le système quartz - échantillon est schématisée (figure 3), dans le cas idéal d'échantillons parfaitement orientés, avec des extrémités parallèles.

Le "pulse" est composé de trains d'ondes qui se propagent avec des vitesses v pour le quartz et v' pour l'échantillon. Après réflexion sur les différentes parois (collage quartz - échantillon, extrémités libres de l'échantillon et du quartz représentant des changements d'impédances acoustiques), les signaux réfléchis sont détectés et l'on étudie leurs amplitudes en fonction des différents paramètres.

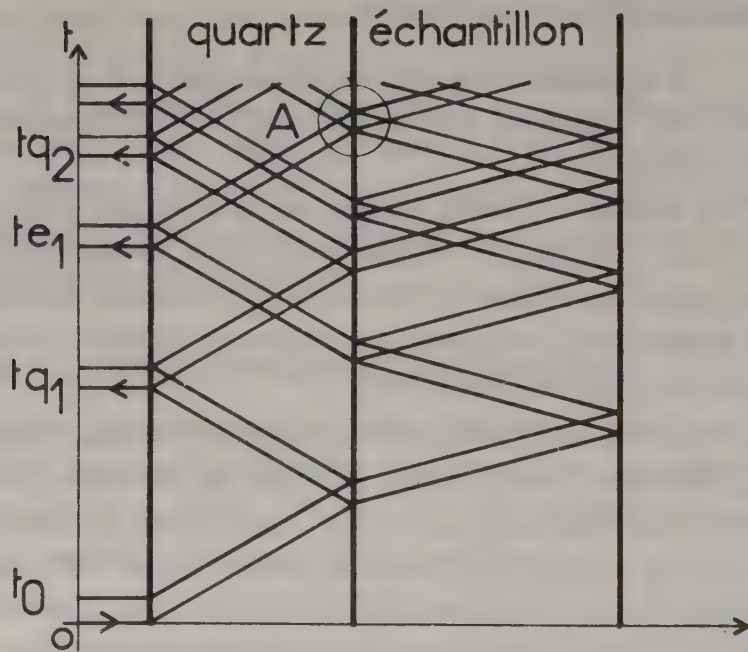
Il faut que deux échos successifs soient nettement séparés, surtout en ce qui concerne les premiers échos sur lesquels seront effectuées les mesures. Ceci impose que la durée d'une impulsion soit telle que $2 \cdot t_0 < t_{q_2} - t_{q_1}$ (figure 3) ; par ailleurs, la séparation des échos $t_{q_1} < t_{e_1} < t_{q_2}$ nécessite que les longueurs relatives du quartz et de l'échantillon soient définies en fonction des vitesses du son v et v' . L'ordre de grandeur de la vitesse du son est 5×10^5 cm/s, celui de la longueur du quartz ou de l'échantillon est 1 cm, soit $t_0 \approx 1 \mu s$. Il est nécessaire de pouvoir faire varier t_0 suivant les dimensions de l'échantillon d'une part et d'autre part, comme nous l'avons vu plus haut, pour éviter la saturation du phénomène observé et étudier éventuellement cette saturation.

Par ailleurs, compte tenu de la puissance maximale qu'il est possible de dissiper dans la cavité, il existe une limite à la fréquence de répétition F (pour une durée d'impulsion t_0). Enfin, suivant le nombre d'échos observés et le temps de relaxation du phénomène étudié, la durée entre deux cycles doit être suffisante pour éviter les superpositions. Nous disposerons donc de la possibilité de faire varier la fréquence de répétition pour satisfaire



TECHNIQUES DE MESURE

FIGURE N° 2



PROPAGATION DES VIBRATIONS
DANS LE QUARTZ ET L'ECHANTILLON

FIGURE N° 3

les conditions précédentes ; une valeur de F de l'ordre de 1 000 Hz est en général convenable.

1.3.2 - Pratiquement, l'orientation des axes cristallins et le parallélisme des extrémités du quartz et de l'échantillon ne sont jamais parfaits. L'étude de l'influence de l'orientation et du parallélisme a été effectuée par de nombreux auteurs et en particulier, CARR, STRANBERG [7] et Edwards GATE [8].

Les premiers étudient l'amplitude des échos en fonction du numéro de l'écho, dans le cas d'une propagation longitudinale dans un échantillon cylindrique, ils obtiennent la loi suivante :

$$2 \frac{J_1(\gamma k r)}{\gamma k r}$$

où J_1 fonction de Bessel du 1er ordre
 k vecteur de propagation
 r rayon du cylindre
 γ angle entre la surface d'onde et l'extrémité de l'échantillon.

Edwards GATE effectue la même étude, mais dans le cas d'une propagation transversale, dans un quartz de section rectangulaire, il obtient les mêmes résultats mais avec des fonctions sinus, donc plus simples à discuter, et de plus, il fait intervenir d'autres paramètres. Nous nous reporterons donc à cette étude.

Dans les deux études précédentes, il n'est pas tenu compte de l'absorption intrinsèque de l'échantillon, qui introduit une variation exponentielle du signal, l'expérience montrant qu'à fréquence élevée la variation du signal est surtout due à l'imperfection de la taille des échantillons.

Remarquons tout d'abord que la première condition nécessaire à la propagation est d'obtenir des ondes planes ; la longueur d'onde des hypersons étant $\lambda \approx 1 \mu$, la planéité sera définie optiquement par 1/5 ème de frange. GATE a effectué une étude systématique de l'amplitude des échos successifs dans le quartz ; il a tout d'abord montré que le nombre d'échos obtenus dépend premièrement de l'orientation des axes et en second lieu du parallélisme .

Le problème est identique à celui du coin d'air en optique pour ce qui est du non parallélisme des extrémités, la variation d'amplitude est donnée par la loi

$$A_n = A_0 \frac{\sin\left(\frac{k L \sin n \beta}{2}\right)}{\frac{k L \sin n \beta}{2}}$$

A_0 amplitude initiale

k vecteur d'onde

β angle entre les extrémités

n numéro de la réflexion

L largeur du coin d'air

La désorientation des axes cristallins se traduit par une perte d'énergie à chaque réflexion (la partie du signal aboutissant en dehors de l'extrémité réfléchissante est considérée comme perdue). Cette constatation se traduit par la loi suivante (déduite de calculs faits à la machine), qui donne la variation de la section du flux d'énergie :

$$S'_{(n)} = (1 - z) S$$

S = section initiale

$$z = \frac{n}{N + 1}$$

n = numéro de la réflexion

N = nombre total de réflexions (ne dépend pas de la fréquence, seulement de la géométrie).

En utilisant les deux formules précédentes et le fait que β est petit, donc $\sin n \beta = n \beta$, nous obtenons la loi de variation de l'amplitude des échos :

$$A = A_0 \frac{(1 - z) \sin k z (1 - z) S (N + 1) \beta}{k z (1 - z) S (N + 1) \beta}$$

La vérification expérimentale a été effectuée par de nombreux auteurs, ainsi que par GATE. Il a surtout montré l'influence du parallélisme des faces, de façon relative, en déformant la géométrie de ses quartz par flexion, la mesure du parallélisme étant trop imprécise.

Ces résultats nous montrent l'importance de l'orientation des axes cristallins et du parallélisme des extrémités. Si nous abordons le cas du quartz, la difficulté principale est d'effectuer une taille correcte ; il nous est impossible actuellement de descendre en dessous de 1' dans la définition de l'orientation, et d'obtenir un parallélisme à mieux que 1/2'. Dans le cas d'études sur d'autres monocristaux, c'est l'ensemble quartz - échantillon qui doit posséder de bonnes caractéristiques : non seulement le quartz et l'échantillon doivent être correctement taillés, mais leur liaison doit conserver cette géométrie. C'est là un problème très délicat, il faut utiliser sous très faible épaisseur un liant ayant de bonnes caractéristiques acoustiques, donc une bonne tenue mécanique à basse température.

I.4 - Dispositif à température variable

Le problème est de faire varier la température de l'ensemble cavité, quartz et échantillon de 4,2 °K à 50 °K facilement et rapidement (gain de temps). Nous disposons en effet d'un bain d'hélium liquide (qui sert également à refroidir la bobine supraconductrice) qui constitue une réserve pour une durée d'environ 10 heures.

Deux solutions peuvent être utilisées : par conduction ou par convection.

Dans le premier cas, l'ensemble à refroidir est relié à une source froide et à une source chaude par des résistances thermiques. La source froide est le bain d'hélium et la source chaude une résistance électrique. La puissance électromagnétique dissipée dans la cavité est importante 0,5 W (voir partie hyperfréquence) en raison de la faible valeur de η_g ; il faut donc que la résistance thermique vers la source froide soit faible pour obtenir 4,2 °K sur l'échantillon ; dans ce cas, il n'est pas possible de monter à plus de 15 °K sans dissiper une quantité importante de chaleur. Si l'on désire obtenir des températures de l'ordre de 40 °K, il faut une résistance thermique de forte valeur vers le bain, ce qui contredit le cas précédent, ou alors utiliser une autre source froide (bain d'hydrogène) ; nous voyons que cette solution est difficilement réalisable.

De plus, les constantes de temps sont importantes, de l'ordre de quinze minutes, pour obtenir 15 °K sur des montages utilisés pour la conductibilité thermique.

Nous avons donc choisi la seconde solution. Dans ce cas, le flux de chaleur est dirigé. La source chaude est placée entre l'échantillon et la source froide. La résistance thermique équivalente entre la source chaude et la source froide doit être élevée devant celle entre la source chaude et l'échantillon. La source froide est toujours le bain d'hélium, le gaz prélevé à la surface est refroidi en passant dans le bain, puis il est réchauffé au contact de la source chaude (résistance électrique). Ensuite le gaz échange des calories avec l'échantillon, ce qui permet de faire varier la température de ce dernier suivant la puissance dissipée dans la résistance. Dans ce cas, les constantes de temps peuvent être très faibles suivant les caractéristiques des échangeurs, qui doivent par ailleurs nous permettre d'obtenir des températures proches de 4,2 °K, compte tenu de la puissance électromagnétique dissipée dans la cavité et des pertes thermiques.

I.5 - Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les options générales choisies pour la définition du dispositif expérimental : méthode des échos pulsés et système de refroidissement par convection. Nous avons indiqué les principaux problèmes à résoudre : optimisation de la cavité, réalisation de bons collages quartz - échantillon, détermination de l'échangeur. Le chapitre suivant sera consacré à la résolution de ces problèmes.

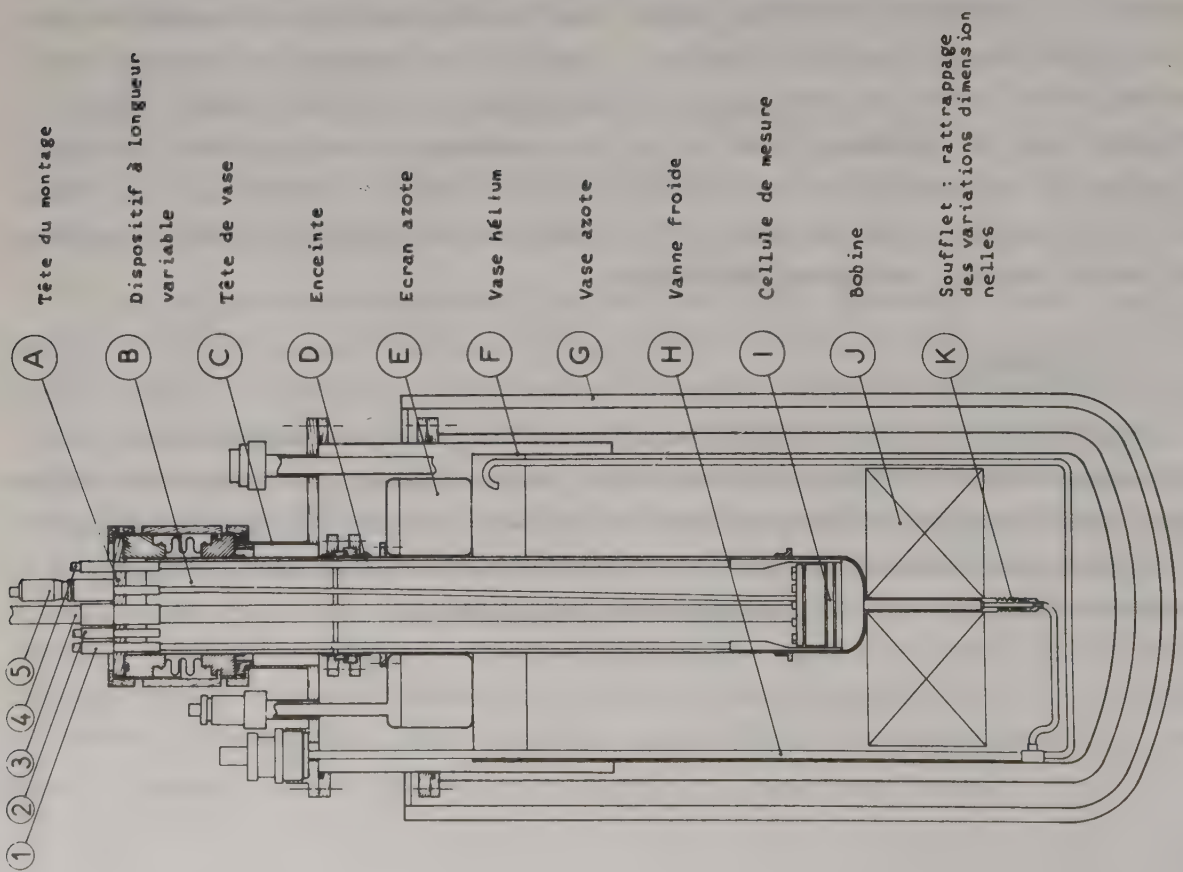
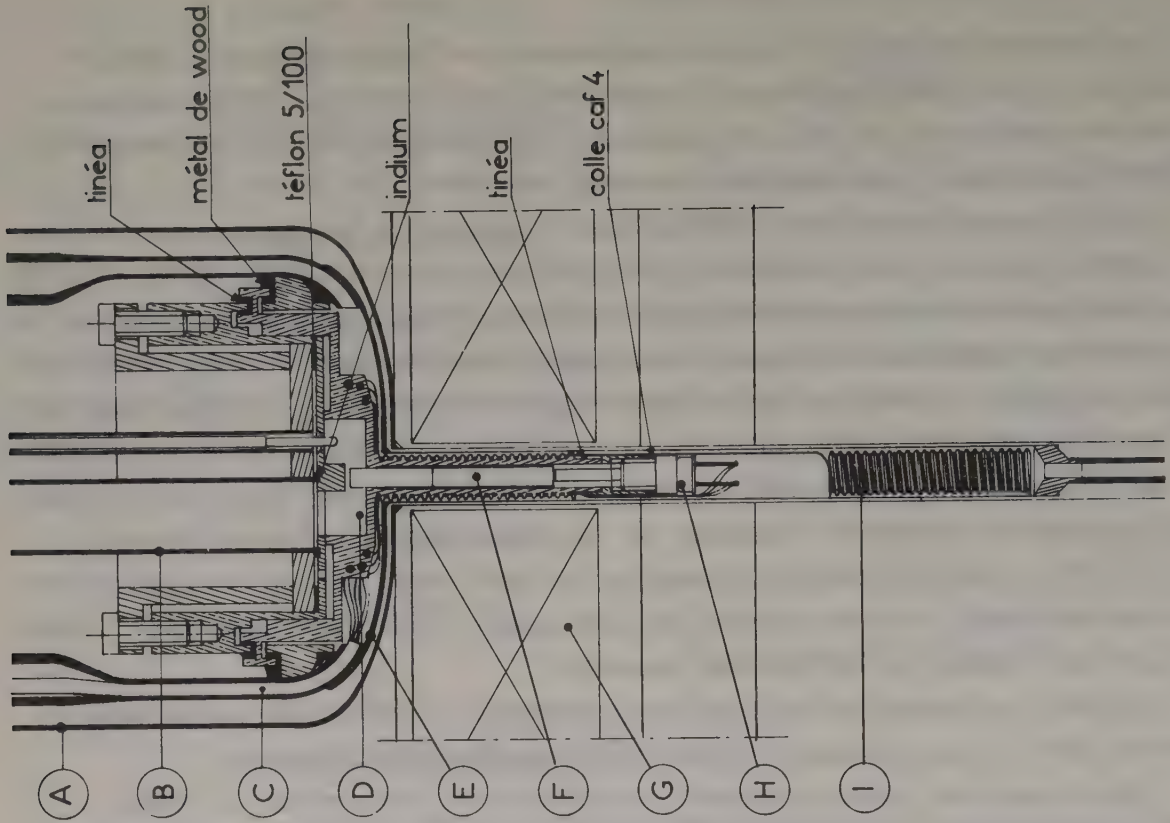


FIGURE N° 4



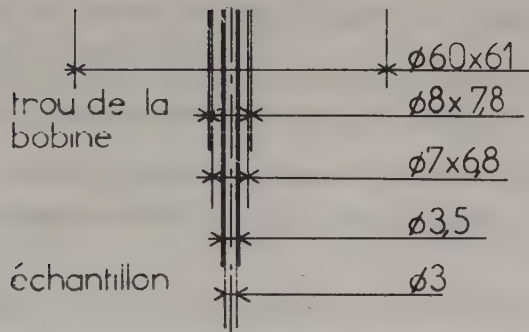
CELLULE DE MESURE

FIGURE N° 5



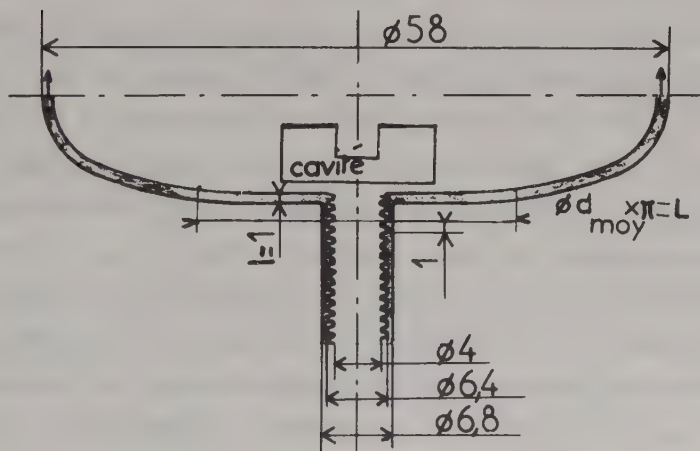
CIRCULATION DU GAZ

FIGURE N° 6



ENCOMBREMENT

FIGURE N° 7



PASSAGE DU GAZ

FIGURE N° 8

CHAPITRE II

REALISATION

II.A - PARTIE BASSES TEMPERATURES

II.A.1 - Ensemble à température variable de 4,2°K à 50°K

II.A.1.1 - Encombrement et disposition (figures 4 et 5)

L'ensemble est schématisé sur la figure 4.

Les parties principales sont :

- la cellule de mesure (repère I, figure 4 et figure 5) avec l'axe de la cavité (repère D, figure 5) placé verticalement,
- la bobine supraconductrice (repère J, figure 4),
- le vase hélium (repère F, figure 4) et le vase azote (repère G, figure 4), qui ont été étudiés par Monsieur DOULAT [9], pour un ensemble similaire utilisant un bobinage supraconducteur.

Le circuit d'échange est défini sur la figure 6. Il comprend : l'échangeur avec le bain He, la vanne froide permettant le réglage du débit de gaz, l'échangeur au niveau de la résistance de chauffage, l'échangeur de la cavité et de sa queue, enfin la vanne chaude servant au réglage de la vitesse d'écoulement.

Les différents bobinages supraconducteurs devant se trouver dans l'hélium liquide, donc à température fixe, il est nécessaire d'isoler la cellule de mesure du bain : c'est le rôle d'une première enveloppe, que nous appelons enceinte (repère D, figure 4 et A, figure 5). Une seconde enveloppe assure le passage du gaz d'échange : c'est la nacelle (repère E, figure 5). Pour assurer de bons échanges thermiques entre l'échantillon et la queue de la cavité, nous maintenons une pression d'hélium gazeux dans la cavité, qui forme ainsi une troisième enveloppe (repère D, figure 5) ; cette pression doit être assez grande, afin que la puissance d'amorçage de la cavité soit élevée (le champ électrique d'amorçage dans un gaz dépend de la pression, suivant la loi de Paschen). Cette pression est égale ou légèrement inférieure à la pression atmosphérique, la puissance dissipée dans la cavité évitant la liquéfaction, qui se traduirait par un déplacement important de la fréquence de résonance de la cavité (ϵ liquide $\approx 1,05$, ϵ gaz $\approx 1,005$) ; de plus, ϵ variant très rapidement à basse température en fonction de la pression, celle-ci est maintenant constante.

La partie inférieure des trois enveloppes, ainsi définies, doit être placée dans un

espace limité par deux cylindres concentriques (figure 7) ; le cylindre intérieur est formé par l'échantillon de diamètre 3 mm et le cylindre extérieur correspond au trou de la bobine supraconductrice de diamètre 8 mm.

La partie inférieure de l'enceinte est un tube en acier inoxydable $\varnothing 8 \times 7,8$ mm, la nacelle est un tube en acier inoxydable $\varnothing 7 \times 6,8$ mm, la troisième enveloppe est la queue de la cavité. La résistance chauffante (repère I, figure 5) est placée dans le tube de la nacelle.

La partie supérieure de l'enceinte qui contient : la cavité, la partie supérieure de la cellule de mesure, les tubes de descentes et le guide d'onde, est un tube en acier inoxydable de $\varnothing 61 \times 60$ mm, dans lequel est maintenu un vide secondaire.

II.A.1.2 - Calcul du circuit d'échange

Ce calcul nous permet de définir la forme générale de la cellule de mesure et les ordres de grandeurs des différents paramètres (puissance, débit de gaz, dépression...).

Nous chercherons, dans la réalisation, à appliquer au mieux la ligne générale des résultats de ce calcul.

II.A.1.2.1 - Evaluation de la quantité de chaleur à évacuer

Elle comprend :

- la puissance électromagnétique dissipée dans la cavité, dont la valeur sera déterminée dans le chapitre consacré à l'appareillage hyperfréquence ; elle est toujours $< 0,6$ watts ;
- les différentes pertes : par conduction, par rayonnement, par convection, par effet joule.

II.A.1.2.1.1 - Pertes par conduction

Les pertes dans le vide d'isolement sont négligeables.

Les pertes par conduction dans les métaux ont lieu vers le bain et vers l'ambiante. Elles seront déterminées pour les températures extrêmes 4,2 °K et 50 °K, en appliquant la formule générale :

$$P = \frac{S}{\ell} \int_{T_0}^{T_I} k \, dT$$

- où
- | | |
|----------------|--|
| T_I et T_0 | = températures aux extrémités |
| S | = section |
| ℓ | = longueur |
| k | = conductibilité thermique du matériau |

Les valeurs des différentes intégrales sont relevées dans les ouvrages [10] et [11]

- Pertes vers le bain Pb

Elles ont lieu par un tube en acier inoxydable $\phi 7 \times 6,8$ mm, $\ell = 100$ mm.

T	4,2°K	50°K
Pb	0	$-2,8 \times 10^{-3}$ W

- Pertes vers l'ambiante

$$P_a = P_1 + P_2 + P_3$$

P_1 : pertes par les descentes en acier inoxydable (tubes et guide d'onde)

$$S = 56 \text{ mm}^2, \ell = 1200 \text{ mm}$$

P_2 : pertes par les 9 fils de cuivre (mesure et puissance)

$$S = 0,064 \text{ mm}^2 \quad \ell = 1200 \text{ mm}$$

P_3 : pertes par effet Joule dans les fils

$$P_3 = R I^2$$

T	P_1	P_2	P_3	P_a
4,1 °K	0,14 W	10^{-2} W	210^{-3} W	0,17 W
50 °K	0,13 W	5×10^{-3} W	2×10^{-3} W	0,155 W

II.A.1.2.1.2 - Pertes par rayonnement

Elles sont en général négligeables ; leur maximum a lieu au niveau de la nacelle (repère E, figure 5) et de l'enceinte (repère A, figure 5), pour la température maximale 50°K.

Dans ce cas :

$$P = \frac{\sigma S_1 (T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{S_1}{S_2} \left(\frac{1}{\epsilon_2} - 1 \right)}$$

où

$$S_1 = 75 \text{ cm}^2$$

$$S_2 = 80 \text{ cm}^2$$

$$T_1 = \text{température maximale } 50^\circ\text{K}$$

$$T_2 = 4,2^\circ\text{K}$$

$$\epsilon_1 = \text{émissivité du laiton } 0,024 \quad [1]$$

$$\epsilon_2 = \text{émissivité de l'acier inoxydable } 0,03 \quad [1]$$

$$\sigma = 5,1 \cdot 10^{-12} \text{ C g S}$$

d'où

$$P = 0,4 \cdot 10^{-3} \text{ W}$$

II.A.1.2.1.3 - Pertes par convection

La convection qui existe est due au seul gaz d'échange, donc ne contribue pas aux pertes dans le cas de l'étude de la cellule de mesure.

La quantité de chaleur totale dissipée est donc égale à :

$T = 4,2^\circ\text{K}$	$0,77 \text{ W}$
$T = 50^\circ\text{K}$	$0,75 \text{ W}$

Dans les deux cas, les pertes sont faibles par rapport à 0,6 W dissipée dans la cavité. Dans le calcul de l'échangeur, nous tenons compte de cette remarque, en imposant un bon échange au niveau de la cavité.

II.A.1.2.2 - Calcul de l'échangeur

Dans une première étape, nous effectuons le calcul pour une température de l'échantillon de 50°K ; le gaz initialement à $4,2^\circ\text{K}$ est chauffé par la résistance électrique, et nous cherchons à dissiper la puissance électrique minimale. Ensuite nous vérifierons que l'échangeur ainsi défini permet de refroidir l'ensemble de mesure à une température proche de $4,2^\circ\text{K}$, par la circulation de gaz froid.

II.A.1.2.2.1 - Echanges au niveau de la cavité à 50°K

Pour assurer un bon échange, il faut que l'écoulement du gaz soit en régime turbulent, c'est-à-dire que le nombre de Reynolds soit de l'ordre de 5000.

Dans le cas de l'écoulement dans un tube cylindrique, le nombre de Reynolds est défini par :

$$Re = \frac{\rho V D}{\eta} = \frac{4 G}{\eta D \pi}$$

où

$$\rho = \text{densité de l'hélium à } 50^\circ\text{K} : 10^{-3} / \text{cm}^3 \quad [12]$$

V = vitesse d'écoulement cm/s

D = diamètre hydraulique = diamètre du tube cm

η = viscosité de l'hélium à 50°K : 5.10^{-5} poises [12]

G = débit en masse de l'hélium g/s

d'où
$$Re = 2,5 \times 10^4 \frac{G}{D}$$

Nous choisirons un débit de gaz $G = 0,04$ g/s, la durée d'une manipulation étant de huit heures environ, nous devons donc disposer d'une réserve efficace d'hélium de l'ordre de 10 litres, ce qui correspond au vase dont nous disposons.

Nous en déduirons pour un Reynolds de l'ordre de 5 000 :

$$D = 2 \text{ mm}$$

Dans le cas d'une section de passage du fluide non cylindrique, le diamètre hydraulique est défini par la relation :

$$D = \frac{4 A}{P} = \frac{4 \times \text{Section de Passage}}{\text{Périmètre mouillé}}$$

Dans notre cas, nous assimilons la section de passage à un rectangle $\ell \times L$ (figure 8)

Soit $A = \ell \times L$

$$P = 2 (L + \ell)$$

avec ℓ petit devant L

soit $D = 2 \ell$

donc $\ell = 1 \text{ mm}$

Nous imposons un écart maximum de température ΔT , entre le gaz et la cavité, de 1°K, avec :

$$\Delta T = W \times \frac{R}{L_1}$$

où $W = \text{flux de chaleur en régime permanent } 0,6 \text{ W} + \text{pertes} = 0,75 \text{ W}$

L_1 = longueur développée de l'échangeur

R = résistance thermique superficielle de l'unité de longueur

$$R = \frac{1}{h S} \text{ W C G S}$$

où $S = \text{surface d'échange de l'unité de longueur}$

$$= \text{diamètre moyen} \times \pi = 3 \times \pi$$

$$= 9,42 \text{ cm}^2$$

h = coefficient d'échange superficiel W. C G S

Nous calculons h en utilisant la définition du nombre de Nusselt dans le cas des tubes courts.

$$Nu = \frac{h D_T}{k} = 0,032 \left(\frac{D_T}{L_I} \right)^{0,054} Re^{0,8} Pr^{0,4} \quad [13]$$

où

$$D_T = \text{diamètre thermique} = \frac{4 \times \text{Section de Passage}}{\text{Périmètre Thermique}}$$

$$= \frac{4 \times l \times L}{L}$$

$$= 0,4 \text{ cm}$$

$$Pr = \text{nombre de Prandtl} = \frac{\eta C}{k} = 0,8 \quad [13]$$

C = chaleur spécifique à pression constante

k = conductibilité thermique

$$4 \times 10^{-4} \text{ W C G S}$$

[12]

D'où

$$h = 2,7 \cdot 10^{-2} L_I^{-0,054} \text{ W C G S}$$

Compte tenu de $L_I = \frac{W}{\Delta T h S}$, nous obtenons :

$$L_I = 3 \text{ cm} = \text{longueur de l'échangeur}$$

Nous devons vérifier que la perte de charge dans l'échangeur n'est pas supérieure à la pression atmosphérique.

Cette perte de charge est donnée par la formule :

$$\Delta P = \psi \frac{\rho v^2}{2} \frac{L_I}{D}$$

ψ = nombre de DARCY qui, pour des Reynolds de 5000, suit la loi de Blasius

$$\psi = \frac{0,3164}{Re^{0,25}}$$

Comme

$$v = \frac{Re \eta}{\rho D}$$

$$\Delta P = 0,3164 \frac{Re^{1,75}}{\rho D^3} \eta^2 \times L_I$$

D'où

$$\Delta P = 70 \text{ C G S}$$

$$= 7 \times 10^{-5} \text{ atmosphères}$$

II. A. 1. 2. 2. 2 - Echanges au niveau de la cavité à 4,2°K

Nous devons vérifier que l'écart de température entre le gaz et la cavité reste faible.

Les étapes du calcul sont les mêmes que précédemment. Les seuls paramètres ayant varié sont :

- la viscosité	$\eta = 10^{-5}$	[12]
- le nombre de Prandtl Pr	$Pr = 1$	[12]
- la conductibilité thermique du gaz k	$k = 10^{-4}$	[12]
- la puissance W	$W = 0,77 \text{ W}$	

Nous en déduisons les résultats suivants :

$$Re = 25\,000, h = 3,5 \cdot 10^{-2}, \text{ d'où } \Delta T = 0,8^\circ K$$

$$\text{La température minimale sera donc de } \underline{4,2 + 0,8 = 5^\circ K}$$

Pour des mesures à la température de 4,2°K, nous assurons directement un échange thermique entre la cellule de mesure et le bain, en introduisant de l'hélium gazeux dans l'enceinte (repère D, figure 4 et A, figure 5).

Enfin, la perte de charge, donc la dépression nécessaire, est

$$\underline{\Delta P = 5 \cdot 10^{-3} \text{ atmosphères}}$$

II. A. 1. 2. 2. 3 - Echanges au niveau de la queue de la cavité (figures 8 et 9)

La réalisation du maximum d'échange au niveau de la cavité présente l'avantage de réduire le flux de chaleur dans la queue de la cavité, donc de garantir une température uniforme dans celle-ci. Une sonde de température, placée à l'extrémité de la queue, sert à mesurer et à réguler la température (voir chapitre III).

Afin que la réponse de la régulation soit rapide, nous assurons un bon échange thermique au niveau de la queue ; nous imposons que la résistance thermique axiale R_a de la queue soit grande par rapport à la résistance radiale R_r de la cavité : soit $R_a \approx 10^2 R_r$.

Un calcul rapide donne :

$$R = \frac{l}{k_T \times S}$$

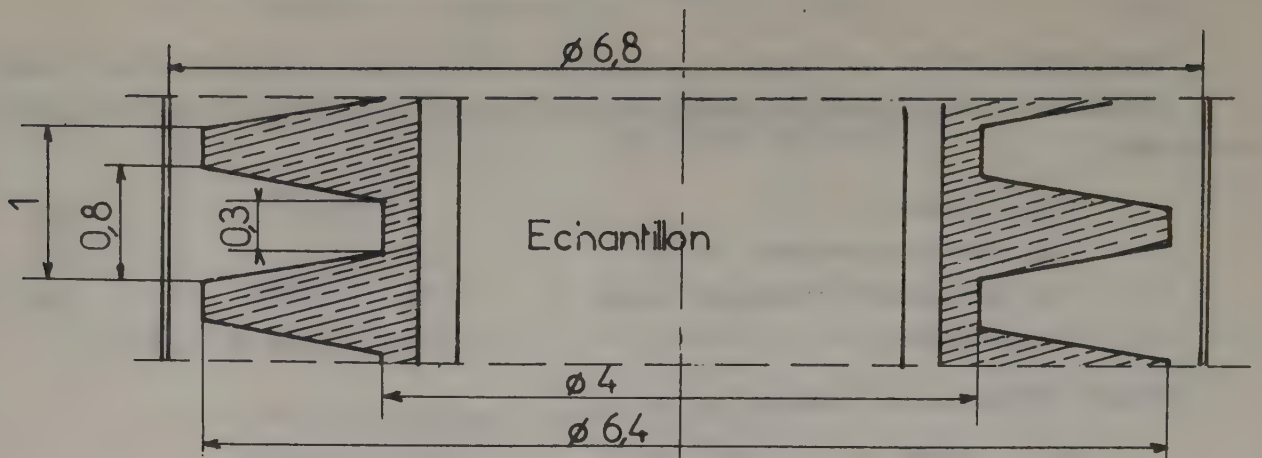
où l = longueur

k_T = conductibilité thermique du cuivre à T°K

S = section

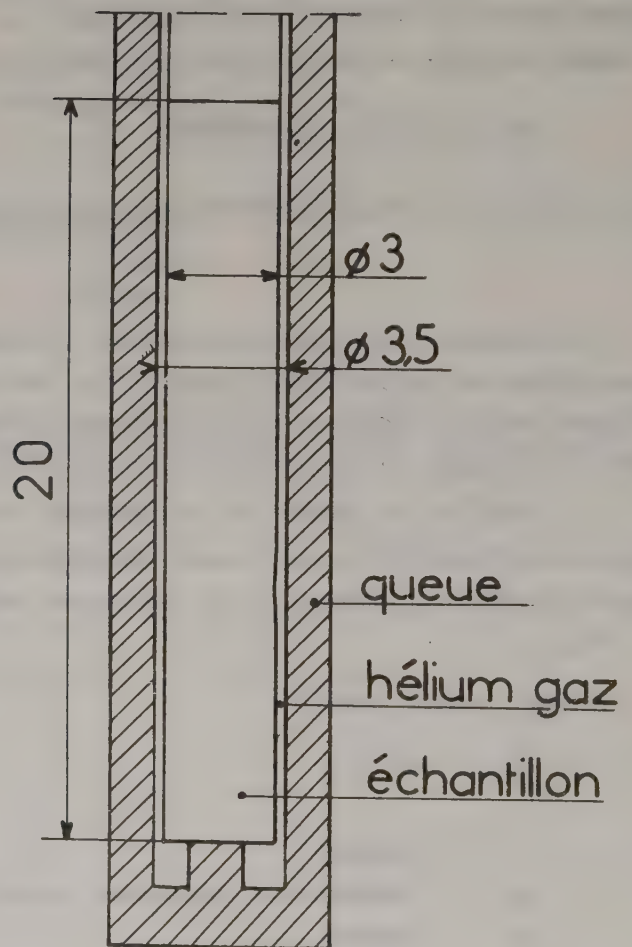
$$\text{soit } R_r = \frac{2 \times 10^{-1}}{k_T}$$

$$\text{d'où } R_a = \frac{20}{k_T}$$



SECTION DE LA QUEUE DE LA CAVITE

FIGURE N° 9



ECHANGE QUEUE-ECHANTILLON

FIGURE N° 10

donc $\frac{1}{s} = 20$

Le diamètre moyen de la queue est de 5 mm, son épaisseur 1 mm, d'où l = 30 mm.

Pour assurer de bons échanges, nous augmentons la surface d'échange et le nombre de Reynolds, en adoptant la section de la queue définie par la figure 9.

Dans ce cas, le diamètre hydraulique est :

$$D = 1 \text{ mm} = 0,1 \text{ cm}$$

soit
$$\begin{aligned} \text{Re} &= 2,5 \cdot 10^4 \frac{G}{D} \\ &= 10^4 \end{aligned}$$

En effectuant un calcul semblable à celui fait pour la cavité, nous avons, pour la résistance totale d'échange superficiel :

$$R = 0,4 \text{ W C G S}$$

et pour la perte de charge

$$\Delta P = 5 \times 10^{-3} \text{ atmosphère}$$

dans le cas $T = 50^\circ\text{K}$, qui est le plus défavorable.

II.A.1.2.2.4 - Echange au niveau de la résistance de chauffage

La disposition adoptée est la même que pour la queue de la cavité, donc :

$$\text{Re} = 10^4$$

$$\Delta P = 5 \times 10^{-3} \text{ atmosphère}$$

$$R = 0,4 \text{ W C G S à } 50^\circ\text{K}$$

La puissance nécessaire pour porter le gaz à une température de l'ordre de 50°K définit la puissance électrique :

$$\begin{aligned} P &= G \int_4^{50} C \, dT \\ &= 6 \text{ W} \end{aligned}$$

L'écart de température est alors :

$$\Delta T = 3,4^\circ\text{K}$$

II.A.1.2.2.5 - Echange au niveau de l'échantillon

Nous avons cherché à obtenir un temps de réponse très court de la sonde de température, maintenant nous devons connaître le temps de mise en équilibre thermique des échantillons.

L'échange entre la queue et l'échantillon se fait par de l'hélium gazeux (figure 10). La résistance thermique est composée de :

- la résistance radiale de la queue de la cavité, sa valeur est négligeable ;
- la résistance du gaz : nous sommes en présence du problème des espaces clos. Nous savons donc que, dans ce cas, les échanges dépendent beaucoup des dimensions géométriques. Pour les conditions de notre montage, la convection libre est négligeable, étant donné que le rapport $\frac{L}{e}$ est élevé :

$$\frac{L}{e} = \frac{30}{0,25} = 120$$

où L = hauteur
 e = espace entre l'échantillon et la queue.

Nous sommes ramenés au cas de la conduction seule.

Pour simplifier les calculs, nous supposons que la partie interne de la queue de la cavité est portée brutalement de la température T à T' .

Une formule approchée nous donne le temps de mise en température d'un cylindre $t = 0,36 \frac{d^2}{4 D}$ [14], c'est-à-dire le temps nécessaire pour obtenir :

$$T' = \left(\frac{T' - T}{100} \right)$$

Tout d'abord, nous considérons que la queue de la cavité ne contient que de l'hélium gazeux

$$\begin{aligned} d &= 0,35 \text{ cm} \\ D &= \text{diffusivité} \\ &= \frac{k}{\rho C} \end{aligned}$$

$T^{\circ}\text{K}$	$C \text{ J/g}^{\circ}\text{K}$	$k \text{ W/cm}^{\circ}\text{K}$	$\rho \text{ g/cm}^3$	$t \text{ s}$
5	3	10^{-4}	0,03	1
50	3	$4 \cdot 10^{-4}$	10^{-3}	0

Nous voyons que t est très faible et nous considérons ces valeurs comme limites supérieures du temps de mise en équilibre de l'hélium pour la suite du calcul.

Temps de mise en équilibre - du quartz

$$\begin{aligned} T &\approx 20^{\circ}\text{K} & D &\approx 4 \cdot \text{cm}^2/\text{s} & d &= 0,3 \text{ cm} \\ t &< 0,3 \text{ seconde} \end{aligned}$$

- de l'alumine :

$$\begin{aligned} T &\approx 20^{\circ}\text{K} & D &\approx 50 \text{ cm}^2/\text{s} & d &= 0,3 \text{ cm} \\ t &\approx 0 \end{aligned}$$

Les résultats précédents montrent que nous pouvons négliger le temps de mise en équilibre thermique de l'échantillon devant le temps de réponse de l'échangeur.

II.A.2 - Mesure et régulation de la température

Nous avons cherché à obtenir une stabilité de température à $0,1^{\circ}\text{K}$. Cette précision paraît a priori suffisante pour les mesures envisagées. De plus, il serait illusoire de l'améliorer, la sonde de mesure n'étant pas en contact direct avec l'échantillon.

II.A.2.1 - Choix de la sonde

Il existe différents thermomètres pour les mesures de la température dans la région de $4,2^{\circ}\text{K}$ à 50°K :

- sonde germanium (Honeywell) de $4,2$ à 100°K
- sonde platine de 20°K à l'ambiante
- sonde carbone de 1°K à 40°K
- thermocouple Au-Fe - chromel

Tous ces thermomètres sont sensibles au champ magnétique, il est donc nécessaire de les étalonner pour différents champs, ce qui demande un travail important et exclut la possibilité d'une régulation précise de la température sous champ magnétique variable. Une solution consiste à placer les thermomètres en dehors des zones de fort champ magnétique, mais ceci est difficilement réalisable dans notre cas.

Nous avons donc cherché une sonde insensible au champ magnétique, c'est le cas de la diode d'arséniure de gallium modèle CO.500 A de la Phylatron Corporation, dont les caractéristiques sont données sur la figure 11. Nous avons vérifié, à la température de l'hélium liquide, que la tension aux bornes de la diode est constante, lorsque le champ varie de 0 à 50 k G. L'utilisation de cette diode nécessite une alimentation stabilisée en courant de $100\text{ }\mu\text{A}$, avec une stabilité de 5×10^{-3} , valeurs conseillées par le fournisseur pour effectuer des mesures à $1/10^{\circ}\text{K}$. La tension aux bornes de la diode est alors de l'ordre de 1,5 V et la sensibilité de $1\text{ mV}/^{\circ}\text{K}$. Dans ce cas, nous dissipons une puissance de $1,5 \times 10^{-4}\text{ W}$, qui est négligeable devant les 0,77 W représentant les pertes totales.

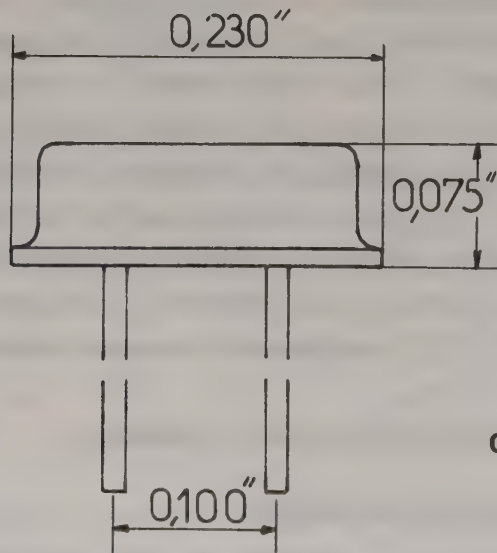
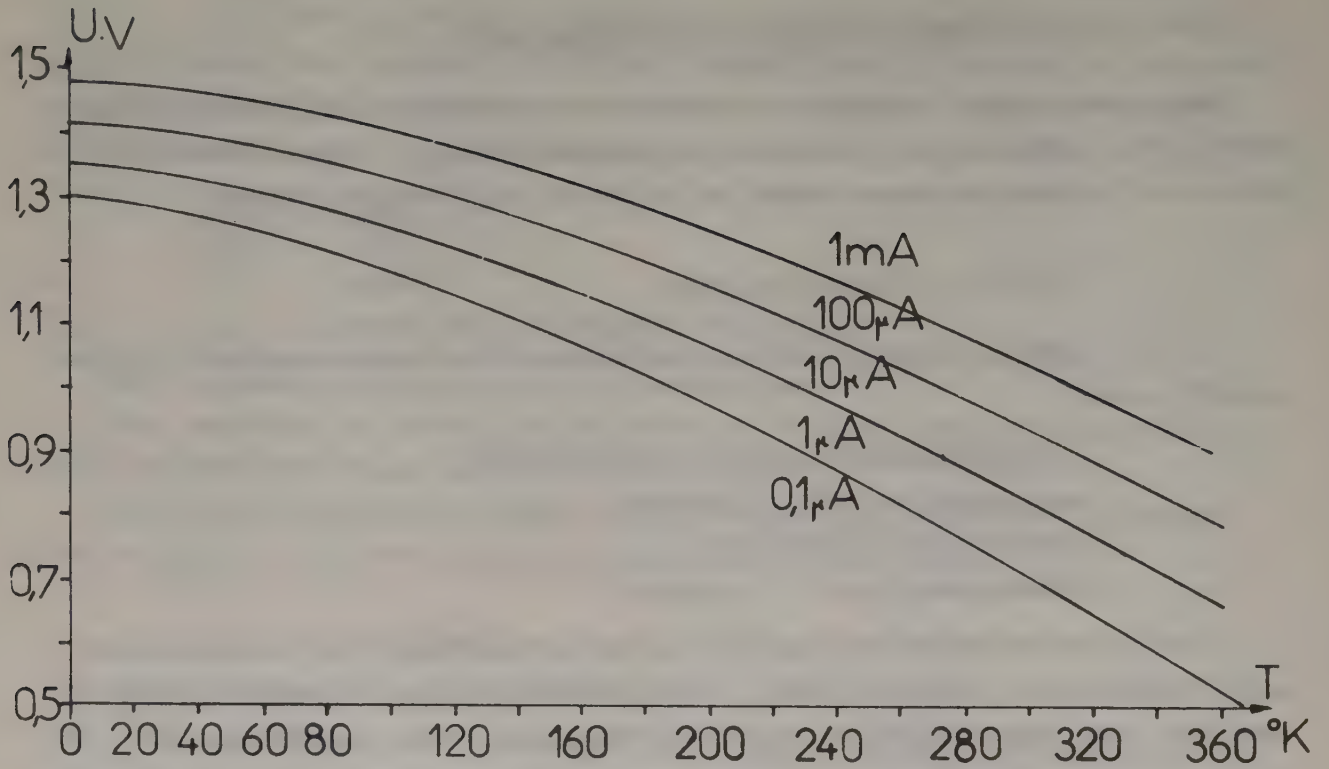
II.A.2.2 - Principe de la mesure et de la régulation

II.A.2.2.1 - Possibilités de régulation

Les différents paramètres sur lesquels nous pouvons agir sont (figure 6) :

- ouverture de la vanne froide (admission du gaz) ;
- ouverture de la vanne chaude (vitesse de pompage) ;
- puissance électrique fournie à l'élément chauffant.

La régulation de l'ouverture des vannes présente des difficultés de réalisation et d'adaptation, que nous ne retrouvons pas pour la régulation de la puissance électrique ;

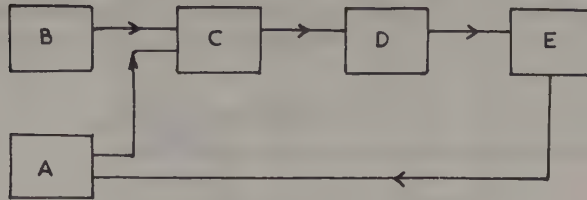


CARACTERISTIQUES DE LA DIODE

FIGURE N° 11

par ailleurs, des essais préliminaires ont montré que l'ouverture des vannes n'est pas critique, donc seule la puissance électrique est régulée.

II.A.2.2.2 - Circuit de principe de la régulation (figure 12)



- A : sonde de mesure et résistance chauffante ;
- B : référence : fixe le niveau de régulation ;
- C : ensemble d'opposition : détecte et amplifie l'écart entre le signal de la sonde et la référence ;
- D : chaîne de régulation ;
- E : amplificateur de puissance

II.A.2.2.3 - Réalisation des circuits

La figure 13 montre le schéma d'ensemble.

Pour l'alimentation $100 \mu A$ de la diode, nous utilisons une solution simple et rapide, schématisée figure 14. La stabilité du courant est d'environ 2×10^{-3} sur deux heures de fonctionnement. La mesure et l'ajustement du courant, ainsi que la mesure de la tension aux bornes de la diode, sont effectués par une méthode d'opposition ; pour cela, nous disposons d'un potentiomètre Meci à deux voies S K V.

L'écart entre la tension de référence du potentiomètre et la tension aux bornes de la diode est appliqué à un amplificateur courant continu $0,1 \mu V$ à faible bruit.

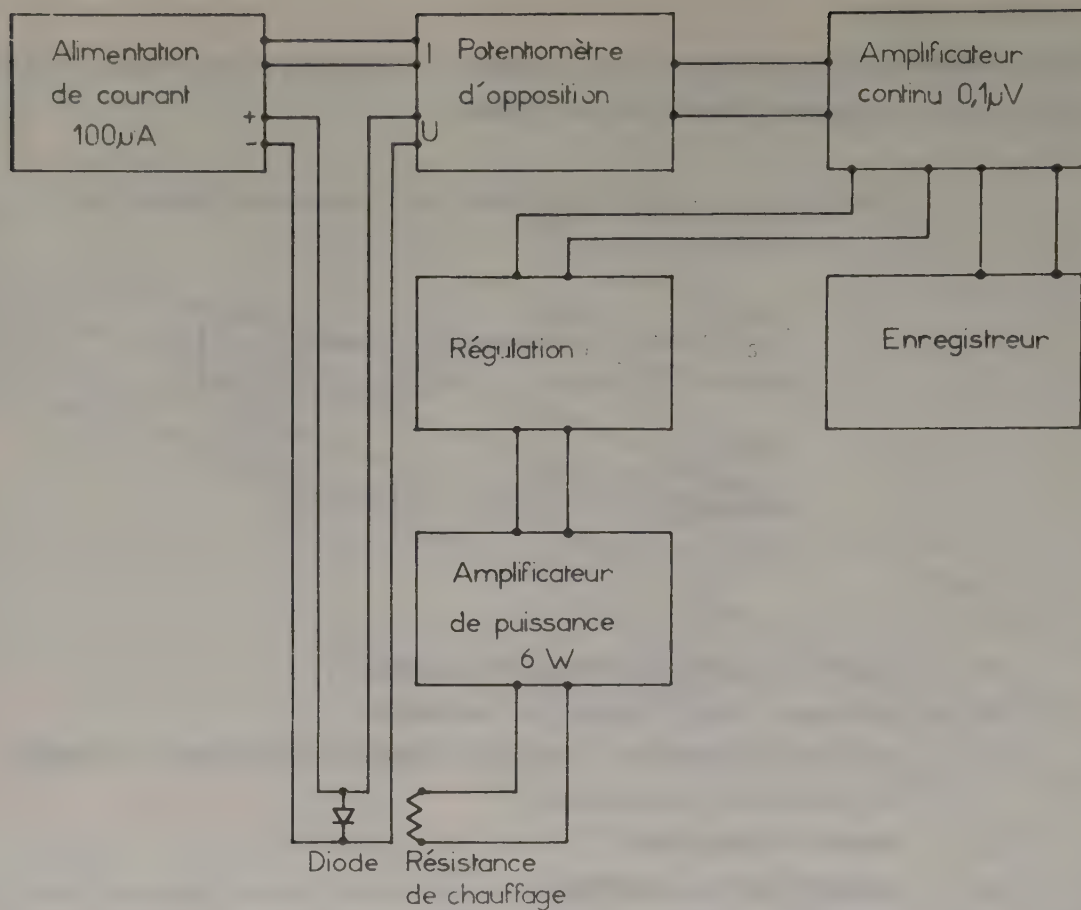
Le signal ainsi amplifié est :

- d'une part enregistré sur un appareil,
- d'autre part, appliqué à l'entrée de la chaîne de régulation, dont l'étude a été faite, ainsi que celle de l'amplificateur continu, par Monsieur PIERRE [15]. Le schéma détaillé est donné sur la figure 15 ; il comprend :

- un circuit intégrateur A_2 ,
- un circuit inverseur A_1 ,
- un circuit proportionnel A_3 .

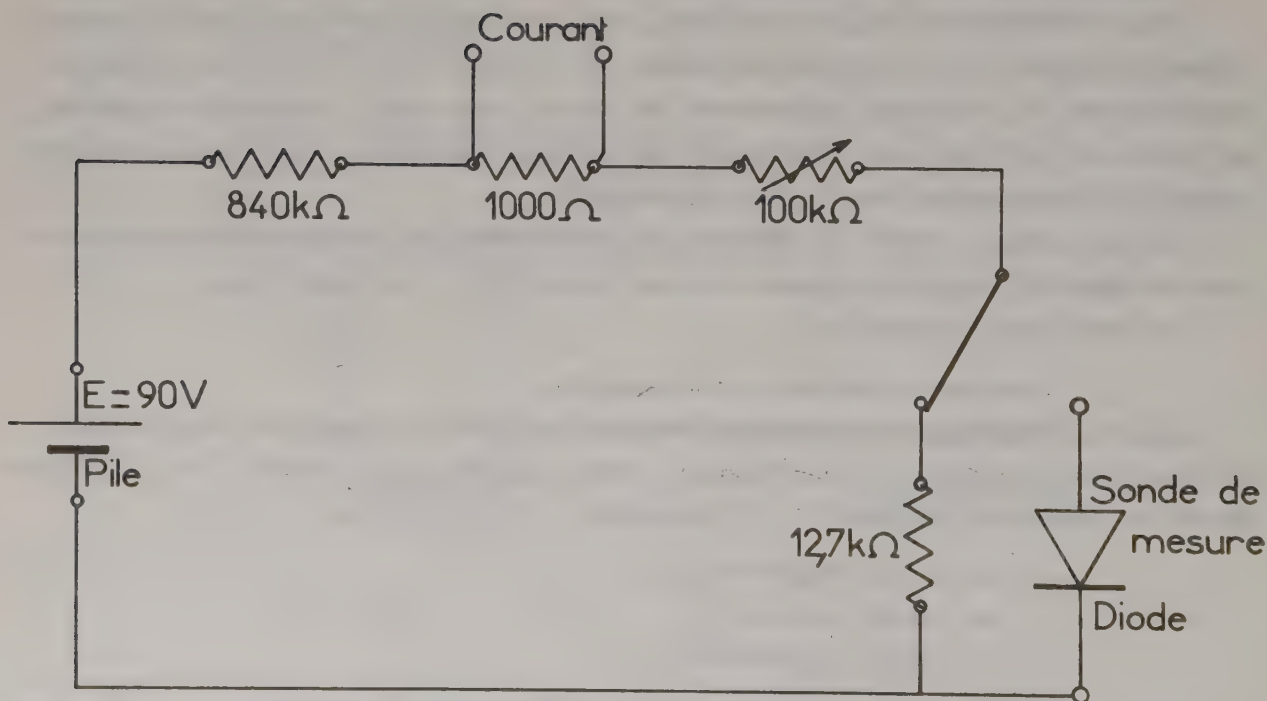
Ces trois circuits sont constitués par des amplificateurs opérationnels P 85 A U. Un circuit auxiliaire permet d'afficher manuellement un niveau de régulation choisi.

Enfin, l'amplificateur de sortie a une puissance maximale de 6 watts, valeur



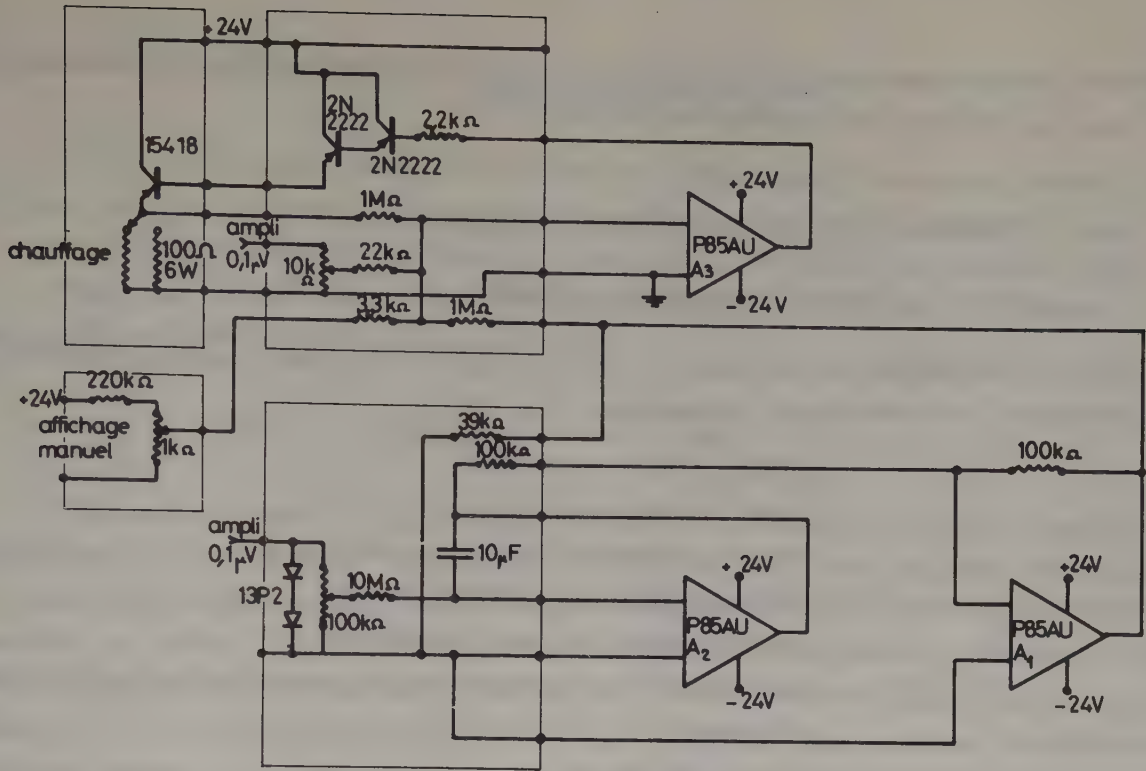
CIRCUITS ELECTRIQUES

FIGURE N° 13



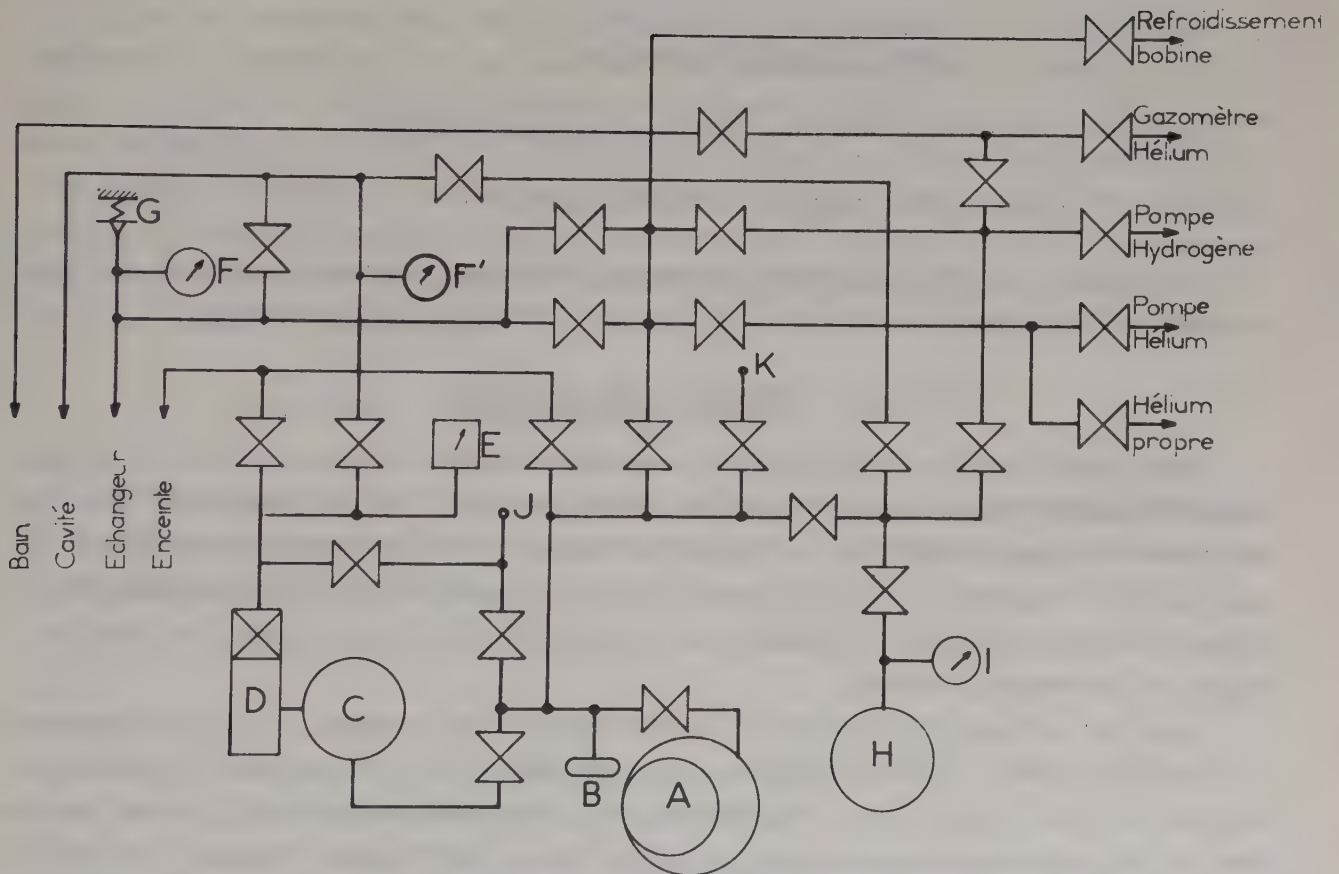
ALIMENTATION STABILISEE $100\mu A$

FIGURE N° 14



CHAINE DE REGULATION

FIGURE N° 15



CIRCUITS DU VIDE ET DE L'HELIUM

FIGURE N° 16

déterminée précédemment par le calcul de l'échangeur ; il fournit une tension maximale de 24 V, donc la résistance de chauffage est de 100 Ω

II.A.3 - Réalisation des circuits de vide et d'hélium

II.A.3.1 - Partie à température ambiante

Elle est représentée sur la figure 16. Nous ne traitons pas cette partie en détail et citons seulement la nomenclature correspondant à la figure :

A	: pompe primaire à palettes
B	: voyant à vide, tube de Gesler
C	: réserve de vide de la pompe secondaire
D	: pompe secondaire à diffusion d'huile
E	: jauge de mesure du vide secondaire
F et F'	: manomètres pour la mesure de la dépression sur les circuits d'échanges
G	: soupape de sécurité
H	: réserve d'hélium propre
I	: manomètre
K	: sortie de pompage

II.A.3.2 - Partie à basse température

Nous décrivons ici les éléments ayant des fonctions principales.

II.A.3.2.1 - Nacelle (repère E, figure 5)

Cet élément doit être facilement démontable, permettre le passage du gaz et des fils, et présenter des liaisons étanches avec la cavité, le circuit de gaz et l'enceinte.

II.A.3.2.1.1 - Passage du gaz et des fils

Deux tubes étaient prévus à la partie supérieure (repère C, figure 5), pour le passage du gaz d'échange : après essai, un seul est utilisé, le second sert au passage des fils. Le gaz arrive à la partie inférieure par un tube de cuivre $\emptyset$ 3 x 2, puis il pénètre dans le tube en acier inoxydable $\emptyset$ 7 x 6,8, dans le quel se trouvent la résistance chauffante et la queue de la cavité, ensuite il débouche dans la partie principale de la nacelle en laiton et cuivre, où se trouve la cavité.

Les fils (6 fils de $\emptyset$ 8/100 mm et 3 fils $\emptyset$ 12/100 mm) arrivent, par un tube supérieur, à la cavité qui sert de masse thermique : nous utilisons 4 fils $\emptyset$ 8/100 pour la mesure de la diode et 2 fils $\emptyset$ 12/10 pour l'alimentation de la résistance de chauffage. Ils sont bobinés dans le filet que comporte la queue de la cavité ; ainsi, les fils aller et retour sont côte à côte pour éliminer les forces électromotrices induites par les variations du champ magnétique.

II.A.3.2.1.2 - Liaisons étanches amovibles

Sur la tête du montage (repère A, figure 4) des presses étoupes sont prévus pour les deux tubes de la nacelle (repères 1 et 4, figure 4).

La liaison étanche avec la cavité est assurée par une soudure au métal de Wood.

Enfin, les liaisons avec le circuit de gaz et l'enceinte, à la partie inférieure du montage, sont assurées par des soudures au tinéa.

II.A.3.2.2 - Enceinte (repères D, figure 4 et A, figure 5)

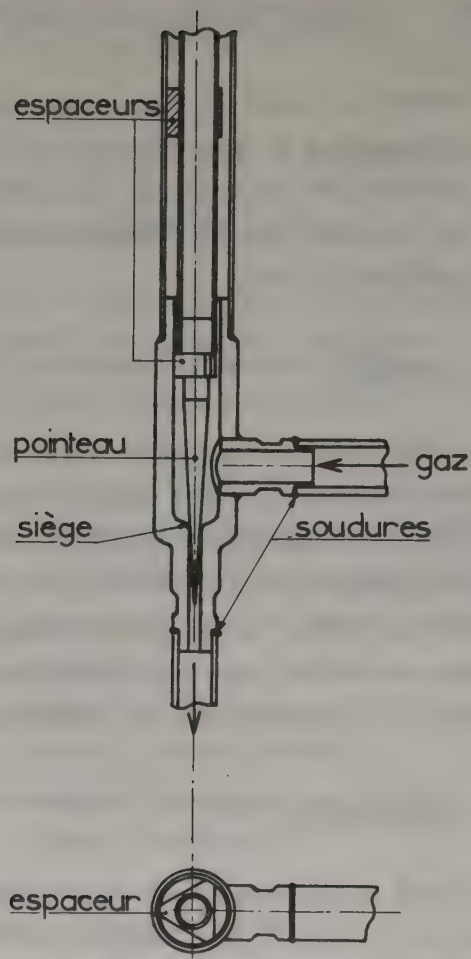
Elle assure le vide d'isolement entre la cellule de mesure et le bain, et doit être facilement amovible. Elle est donc réalisée en deux parties, entre lesquelles l'étanchéité est assurée par un joint indium. La partie supérieure comporte un dispositif étanche à longueur variable, qui permet de régler la distance entre l'enceinte et la nacelle ; cette distance doit être de 0,5 mm, car elle définit la position de la bobine à champ longitudinal. A l'extrémité inférieure, un soufflet métallique est utilisé pour compenser les variations dimensionnelles dues aux différences de dilatation et à l'écrasement des joints toriques d'étanchéité.

II.A.3.2.3 - Vanne froide (repère H, figure 4 et figure 17)

C'est une vanne aiguille, dont le pointeau est en laiton rhodié et le siège en acier inoxydable. Le déplacement est rectiligne, la commande est faite par un système vis et écrou placé sur la tête du montage à la température ambiante ; la liaison est réalisée par un tube en acier inoxydable $\emptyset$ 3 x 2,8 mm, centré dans un tube $\emptyset$ 6 x 5,8 par des espaceurs, ceci pour éviter le flambage, les vibrations du pointeau et éliminer les risques d'immobilisation (glace...). Un soufflet métallique assure l'étanchéité de l'ensemble mobile. La pression de l'aiguille sur le siège, dans la position vanne fermée, est assurée par un ressort, ce qui limite les risques de détérioration.

II.A.3.2.4 - Tête de montage (repère A, figure 4)

Elle assure l'étanchéité des passages des différents tubes (1 et 4 nacelle, 2 pompage de l'enceinte, 3 guide d'onde) et de la commande, par vis micrométrique, de l'accord de la fréquence de la cavité (repère 5).



VANNE FROIDE

FIGURE N° 17

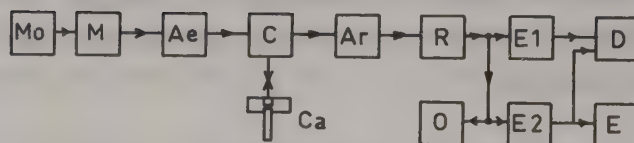
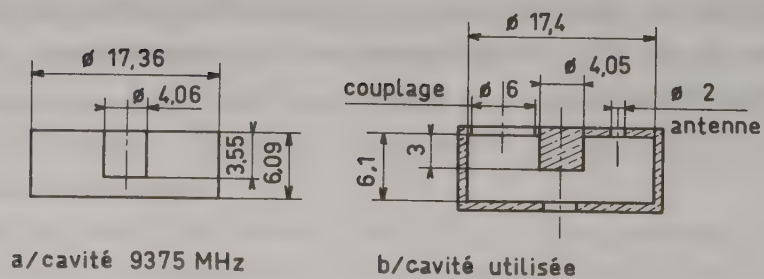


FIGURE N° 18



a/cavité 9375 MHz

b/cavité utilisée

DIMENSIONS ET FORME

FIGURE N° 19

II.B - CIRCUITS HYPERFREQUENCES ET BOBINAGES SUPRACONDUCTEURS

II.B.1 - Principe du circuit hyperfréquence (figure 18)

Les différents éléments sont les suivants :

- M : générateur hyperfréquence pulsé, avec son modulateur MO
- Ae : atténuateur variable réglant la puissance d'émission
- C : circulateur trois voies isolant les circuits émission et réception
- Ca : cavité avec l'ensemble quartz-échantillon
- Ar : atténuateur variable permettant d'accorder le niveau de la réception, indépendamment de l'émission
- R : réception moyenne fréquence
- O, E₁, E₂, D, E : éléments de visualisation, de mesure et d'enregistrement du signal

II.B.2 - Réalisation de la cavité (repère D, figure 5)

Le type de cavité a été défini dans le paragraphe 1, du chapitre I Etudes. Les dimensions d'une cavité de klystron [6], dont la fréquence de résonance est 9375 MHz et le facteur de surtension théorique 4800, sont données sur la figure 19a et nous servent de base de départ. Dans notre cas, l'introduction du quartz modifie la fréquence de résonance ; pour conserver une valeur proche de 9375 MHz pour x_0 petit (voir figure 1), nous devons modifier la distance x_g entre l'âme et le fond de la cavité, d'où les dimensions indiquées sur la figure 19 b.

Si nous utilisons un générateur hyperfréquence à fréquence non ajustable, il est nécessaire d'accorder la fréquence de résonance de la cavité en cours de manipulation (dérive en fréquence du générateur, variation de la fréquence de la cavité avec la température) ; pour cela, on fait varier le volume électrique grâce à une antenne isolante, qui pénètre plus ou moins dans la cavité. Ce dispositif nous assure une plage de réglage de 30 MHz, sans affecter la valeur du facteur de surtension et le coefficient de couplage de la cavité. Le couplage entre le guide d'onde et la cavité se fait par un trou ; pour réaliser un bon couplage, évitant toute perte d'énergie, l'accord peut être effectué soit en intercalant un système à impédance variable entre le guide et la cavité, soit en adaptant les dimensions du trou. Nous avons choisi la seconde solution, qui est simple et reproductible.

La cavité est réalisée en deux parties (repère D, figure 5) : le chapeau et le corps.

Dans le calcul du rendement η_g (chapitre I "Principes généraux du dispositif" paragraphe I.1), nous avons vu l'importance du facteur de surtension. Sa valeur dépend surtout de la résistance électrique de surface (effet de peau), donc de l'état de surface du métal et des contacts électriques entre les deux parties. Les métaux utilisés sont le cuivre ou le laiton, qui s'oxydent facilement ; les surfaces de la cavité sont donc dorées après avoir été soigneusement polies. L'assemblage des deux parties assure un bon contact électrique et une bonne géométrie : un guidage axial est prévu, laissant une certaine liberté, afin que le contact électrique soit réalisé uniformément par le simple poids des éléments. La cavité

formant une enceinte étanche, la liaison entre les deux parties est réalisée par une soudure au tinea. Pour éviter une détérioration de l'état de surface (diffusion du cuivre dans l'or), la soudure est placée loin des surfaces actives, qui peuvent être refroidies par une circulation d'hélium gazeux propre.

Nous obtenons couramment un facteur de surtension $Q = 2000$; lorsque nous apportons un soin particulier à la préparation de la cavité, nous obtenons des valeurs de l'ordre de 4000, mais si nous voulons conserver cette valeur, il faut maintenir la cavité sous vide entre les manipulations et éviter les amorçages durant les essais. Ces deux conditions ne sont pas toujours réalisables, et en général, nous utilisons une cavité possédant un $Q \geq 2000$; sinon, la cavité est démontée et nettoyée.

Le corps de la cavité (partie comprenant la queue) est en cuivre (bon conducteur de la chaleur, non poreux). Le chapeau (partie supérieure) peut être en cuivre ou en laiton ; dans ce dernier cas, une porosité axiale éventuelle du laiton n'est pas gênante, en raison de la forme adoptée (voir figure 5).

La liaison avec le guide d'onde doit être étanche, facilement amovible et assurer un bon contact électrique. L'étanchéité est assurée par un joint téflon de 5/100 mm (voir figure 5), serré entre deux brides par l'intermédiaire de douze vis ; une forte pression est maintenue sur le joint à basse température, grâce à la différence de dilatation de l'acier inoxydable 25-20 et du cuivre (ou du laiton). La faible épaisseur du joint téflon permet un bon contact électrique au niveau du guide d'onde ; nous avons prévu initialement un joint d'indium (voir figure 5) pour garantir ce contact, ce qui s'est avéré inutile.

Le montage et le démontage de l'ensemble quartz-échantillon (repère F, figure 5) se fait par l'extrémité de la queue de l'échantillon, la fermeture de la queue est réalisée par une vis, qui positionne le quartz dans la cavité (accord de la fréquence) et de la colle CAF4 assure l'étanchéité. La diode est soudée au tinea sur la tête de vis.

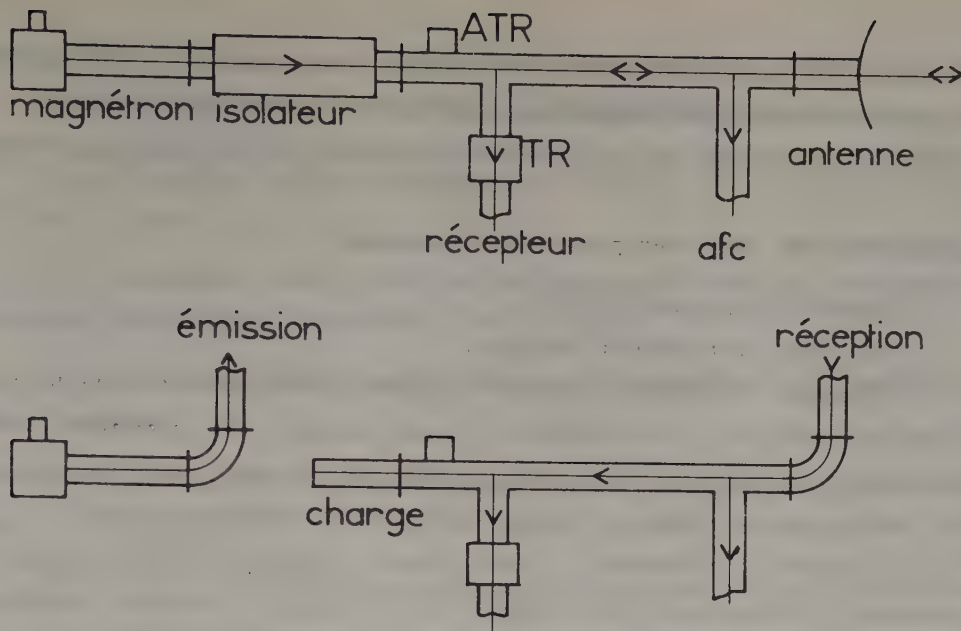
II.B.3 - Appareillage

Ne disposant d'aucun élément au départ de notre étude, nous avons recherché une solution rapide au problème de l'appareillage. La technique des échos pulsés correspondant à celle du radar, nous avons donc utilisé un radar APQ 65, en tant qu'émetteur et récepteur, dont les caractéristiques générales sont :

- émetteur magnetron 200 kW crête
- largeur d'impulsion 0,5 μ s 1,75 μ s
- fréquence de répétition 1000 450
- fréquence d'émission 9375 ± 30 MHz non ajustable
- sensibilité de la réception 93 dbm

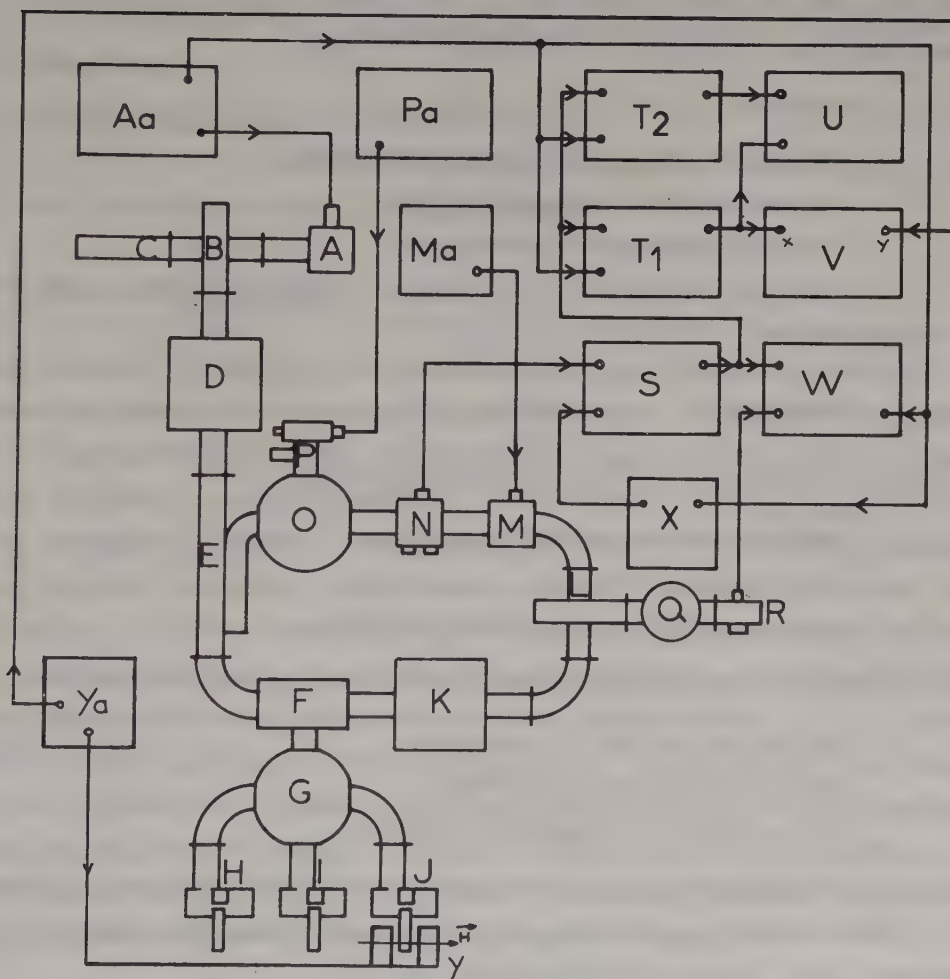
Nous avons apporté certaines modifications aux circuits et supprimé des éléments, afin de limiter la puissance d'alimentation.

Les modifications du circuit hyperfréquence sont schématisées figure 20. La puissance d'émission étant trop importante, nous devons l'atténuer, ce qui nous a conduit à séparer les circuits émission et réception pour n'atténuer que l'émission.



MODIFICATIONS DU RADAR CIRCUITS HYPERFREQUENCES

FIGURE N° 20



CIRCUITS HYPERFREQUENCES

FIGURE N° 21

Les essais préliminaires effectués avec ce radar nous ont permis d'apprendre à manipuler et de prévoir les caractéristiques souhaitables de l'appareillage définitif.

La puissance d'amorçage de la cavité est de 600 W, d'où la puissance d'émission maximale.

Le générateur doit offrir les possibilités suivantes :

- largeur d'impulsion réglable,
- fréquence de répétition réglable,
- fréquence d'émission ajustable ; en effet, nous avons vu que le rendement global est maximal lorsque $x_0 = 0$ (figure 1) ; pour remplir cette condition, il est plus simple d'accorder la fréquence du générateur à celle de la cavité que l'inverse (précision de la cavité, faible gamme d'accord, section variable des différents quartz).

En ce qui concerne le récepteur, il faut prévoir un système de porte pour supprimer les échos saturant la réception et se trouvant avant le signal à observer, ainsi qu'un dispositif de mesure précis de l'amplitude des signaux.

Enfin, il faut prévoir un circuit de contrôle de la puissance et de la fréquence du magnétron, de la fréquence de la cavité, de la résonance.

Compte tenu des remarques précédentes, nous avons adopté le dispositif de la figure 21, dont nous décrivons ci-dessous les différents éléments.

A - Magnétron 4 J 52 T de la C.S.F.

- Fréquence ajustable de 8500 à 9600 MHz
- Puissance crête maximale 70 kW
- Largeur d'impulsion 0,15 à 5 μ s
- Taux de travail 10^{-3} , correspond au temps d'émission réel pendant une seconde de fonctionnement

A₀ - Modulateur

Il délivre des impulsions dont les caractéristiques sont :

- tension négative réglable 16 kV max.
- durée 0,5 à 2,5 μ s
- fréquence de répétition 40 à 2000 Hz

Diverses sorties de synchronisation sont prévues, ainsi que le contrôle

- du courant moyen du magnétron
- de la haute tension magnétron
- de la tension du chauffage magnétron

L'étude et la réalisation ont été faites par la société "Applications des Techniques nouvelles de l'Electronique", en relation avec le groupe de Monsieur JOFFRIN, du Laboratoire d'Hypersons de la Faculté des Sciences de Paris.

B et C - Le surplus de puissance du magnétron est dissipé dans une charge

adaptée C de forte puissance, par l'intermédiaire d'un coupleur directif B à 20 db, la puissance maximale disponible est donc $70 \text{ kW} : 100 = 700 \text{ W} \approx 60 \text{ dbm}$.

D - Atténuateur variable étalonné de 0 à 50 db, qui permet de régler la puissance de 7 mW à 700 W.

F - Circulateur trois voies, son isolement est de 40 db, le signal maximal vu par le récepteur est donc égal à $60 \text{ dbm} - 40 = 20 \text{ dbm}$.

M - Un tube de protection M, avec son alimentation M_a est prévu dans le circuit de la réception.

G - Commutateur 4 voies, qui nous permet d'envoyer le signal sur trois cavités différentes.

H - Cavité à température ambiante pour les essais et les accords des cavités.

I - Cavité à température fixe 4,2°K pour l'étude rapide des cavités, des quartz et des liaisons quartz-échantillon.

J - Cavité à température variable de 4,2°K à 50°K et sous champ magnétique.

K - Atténuateur variable étalonné de 0 à 70 db, pour le réglage du niveau d'entrée sur la réception.

La réception comporte les éléments NPOS.

W, T_1 , T_2 , U et V constituent la partie mesure et E, L, O, P, Q, R les circuits d'accord ; nous décrivons ces trois parties en détail.

II.B.3.1 - Réception

Il faut détecter et amplifier des impulsions de $1 \mu\text{s}$, de faible niveau, à 10^{10} Hz. Nous utilisons le principe des récepteurs superhétérodynes. Le signal à observer est mélangé, en N par un orthotée à deux diodes à faible niveau (6 db) en série, avec le signal d'un klystron VA-203-B, dont la fréquence f_k est telle que $f_{\text{magnétron}} + f_k = f_o$, le niveau de puissance du klystron est réglable pour obtenir la sensibilité maximale des diodes. Afin que les impulsions hyperfréquence soient correctement détectées, il faut que f_o soit supérieur à 1 MHz ; nous adoptons 30 MHz, qui est la fréquence utilisée dans le radar. La réception (repère S, figure 21) à une sensibilité de - 100 dbm, elle est constituée de trois étages 30 MHz - 30 db et d'un ampli de sortie video ; il est possible d'intercaler un filtre de largeur 2 MHz pour augmenter la sensibilité. Une porte est placée à l'entrée de l'amplificateur 30 MHz, elle nous permet de supprimer les signaux saturant la réception, placés avant le signal à observer ; cette porte est commandée par un générateur d'impulsions carrées (réglables en durée et amplitude) (repère X, figure 21), déclenché par la synchronisation générale, avec un retard réglable.

II.B.3.2 - Mesure

W = oscilloscope

T_2 et T_1 sont des échantillonneurs qui permettent la mesure de signaux d'amplitude inférieure au bruit de fond de la réception. Le schéma de principe est donné figure 22 ; une porte P s'ouvre durant 5 ns, laissant passer une partie du signal ; elle est commandée à partir de la synchronisation générale de l'installation, avec un retard réglable T_1 , afin que l'ouverture soit bien sur l'écho choisi. Le signal ainsi détecté, charge une capacité C_1 durant le temps d'ouverture de la porte ; la charge étant très faible, la tension aux bornes de C_1 est amplifiée par A_1 et intégrée par I, la capacité se déchargeant entre deux cycles ; le signal obtenu est enregistré (figure 21) et appliqué à la sortie de la porte, donc la capacité C_1 ne voit plus que la différence entre ce signal et l'écho ; au bout de plusieurs échantillonnages, nous atteignons l'équilibre.

Le signal détecté comprend le signal à étudier, plus le bruit de fond. On démontre que le signal de sortie est proportionnel à N = nombre d'échantillonnages en ce qui concerne l'écho et à $\sqrt{N}$ pour le bruit de fond ; donc, la sensibilité théorique sera $\sqrt{N}$; dans notre cas, le temps maximum d'échantillonnage est de 10 secondes pour 1000 coups par seconde, soit $N = 10^4$, donc une sensibilité de - 40 db par rapport au bruit de fond.

Nous disposons de deux échantillonneurs, l'un pour mesurer l'amplitude de l'écho provenant de l'échantillon et l'autre provenant du quartz transducteur. En effet, l'absorption que l'on mesure sur les échos provenant de l'échantillon comprend l'absorption propre à l'échantillon plus celle du quartz. Dans le cas de mesures à température variable, l'absorption dans le quartz varie, ainsi que la fréquence de résonance de la cavité, la puissance et la fréquence d'émission du magnétron. Ces différents paramètres jouent sur l'amplitude des échos de l'échantillon et du quartz, ce qui nécessite de se référer à l'amplitude d'un écho du quartz.

Il serait intéressant de prévoir l'enregistrement du rapport des amplitudes d'un écho d'un échantillon et d'un écho du quartz.

Il est également possible d'échantillonner un même écho à deux endroits différents (étude de la déformation du signal en fonction du champ magnétique, par exemple).

Les signaux ainsi recueillis sont enregistrés soit sur un enregistreur à défilement $f(t)$ (repère $\mathcal{U}$, figure 21), soit sur un enregistreur "x,y" (repère V, figure 21) dans le cas des études sous champs.

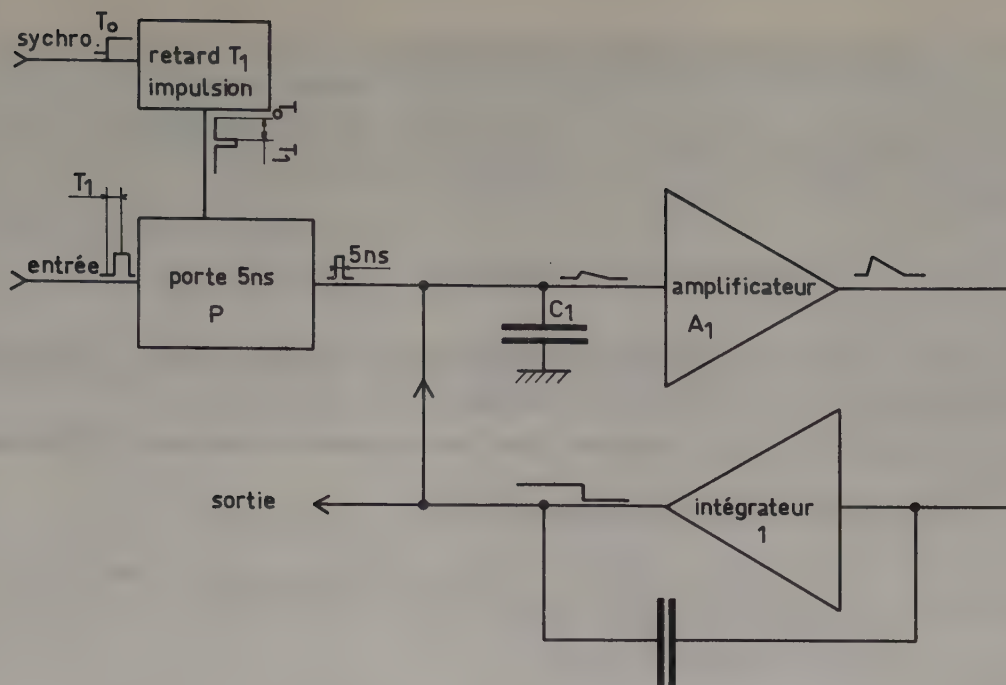
Le synoptique figure 23 résume le cycle de mesure précédemment décrit.

II.B.3 - Circuits d'accords

Ils servent à l'accord de la fréquence des différents éléments : cavités, magnétron, klystron local.

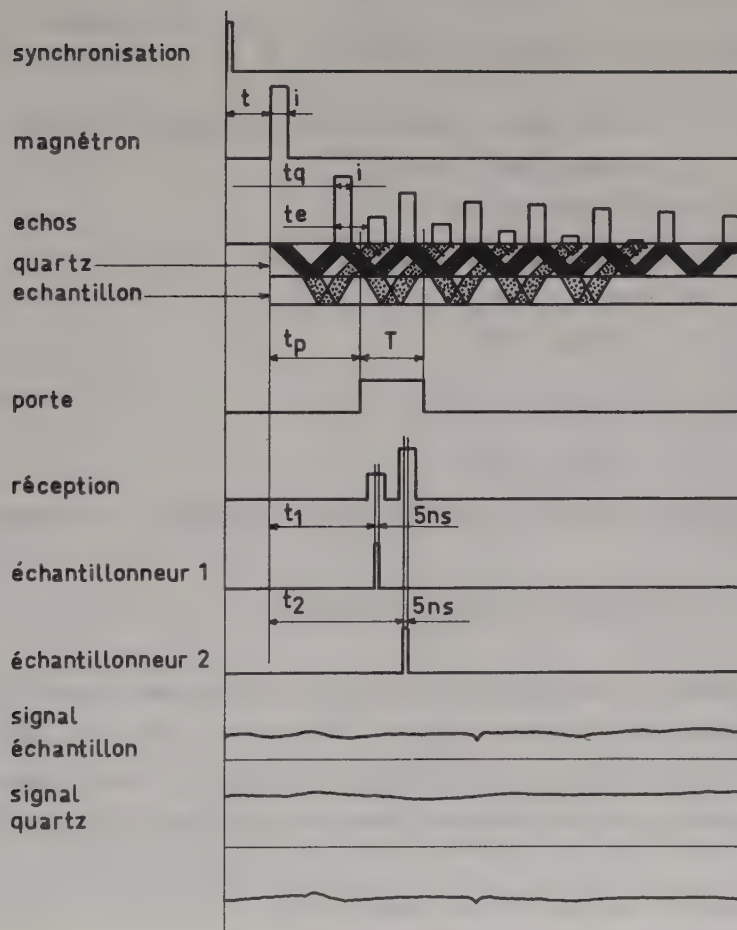
La mesure de la fréquence est effectuée par un dispositif, couplé au circuit principal par le coupleur directif 20 db L, et constitué : d'un ondemètre à absorption Q, d'une diode directrice R et de l'oscilloscope W.

Dans le cas de l'accord de la fréquence de la cavité, nous utilisons le klystron P avec son alimentation P_a modulée en dents de scie, le commutateur O et le coupleur directif 10 db E, qui nous permettent d'appliquer le signal sur la cavité, nous observons la partie du signal qui est réfléchie.



PRINCIPE DE L'ECHANTILLONNEUR

FIGURE N° 22



SYNOPTIQUE

FIGURE N° 23

II.B.4 - Bobinage supraconducteur et alimentation

Ils sont repérés sur la figure 21. Nous disposons de deux bobines (Y), l'une pour champ longitudinal, l'autre pour champ transversal.

II.B.4.1 - Bobine pour champ longitudinal

$\vec{H}$ est alors parallèle au vecteur de propagation $\vec{k}$ des hypersons ; cette bobine a été étudiée et fabriquée au C. R. T. B. T., Grenoble.

Elle est constituée de deux tronçons, dont les caractéristiques sont les suivantes :

1er tronçon Niobium zirconium 33 %

- fil ϕ 1/100 pouce, avec un cuivrage d'épaisseur 1/1000 pouce
- 136 couches, 11290 spires
- rayon interne 5,5 mm
- rayon externe 61,3 mm
- épaisseur 30 mm
- $H/I = 2230$ oe/A

2ème tronçon Niobium zirconium 25 %

- fil ϕ 1/100 pouce, avec cuivre d'épaisseur 1,5/1000 pouce
- 32 couches, 2290 spires
- rayon interne 61,36 mm
- rayon externe 75,2 mm
- épaisseur 30 mm
- $H/I = 224,4$ oe/A

Au total, nous avons donc :

$$H/I = 2454,4 \text{ oe/A}$$

L'intensité maximale est 26 A, soit un champ magnétique sur l'axe de 63800 oe.

II.B.4.2 - Bobine pour champ transversal

H est situé dans un plan perpendiculaire à k , et on peut faire varier l'orientation dans ce plan par rotation de la bobine. Elle a été étudiée et réalisée par Oxford Instrument Company Limited, compte tenu des impératifs géométriques de notre appareillage.

Elle est constituée par deux bobines identiques, laissant un espace libre entre elles de 61 mm.

Le supraconducteur est du niobium titane en fil.

Les caractéristiques de chaque bobine sont :

- longueur du fil 1770 mètres
- 4959 spires

- 86 couches
- rayon interne 40 mm
- rayon externe 73,65 mm
- largeur bobinage 25 mm

Pour l'ensemble, nous avons :

$$H/I = 478 \text{ oe/A}$$

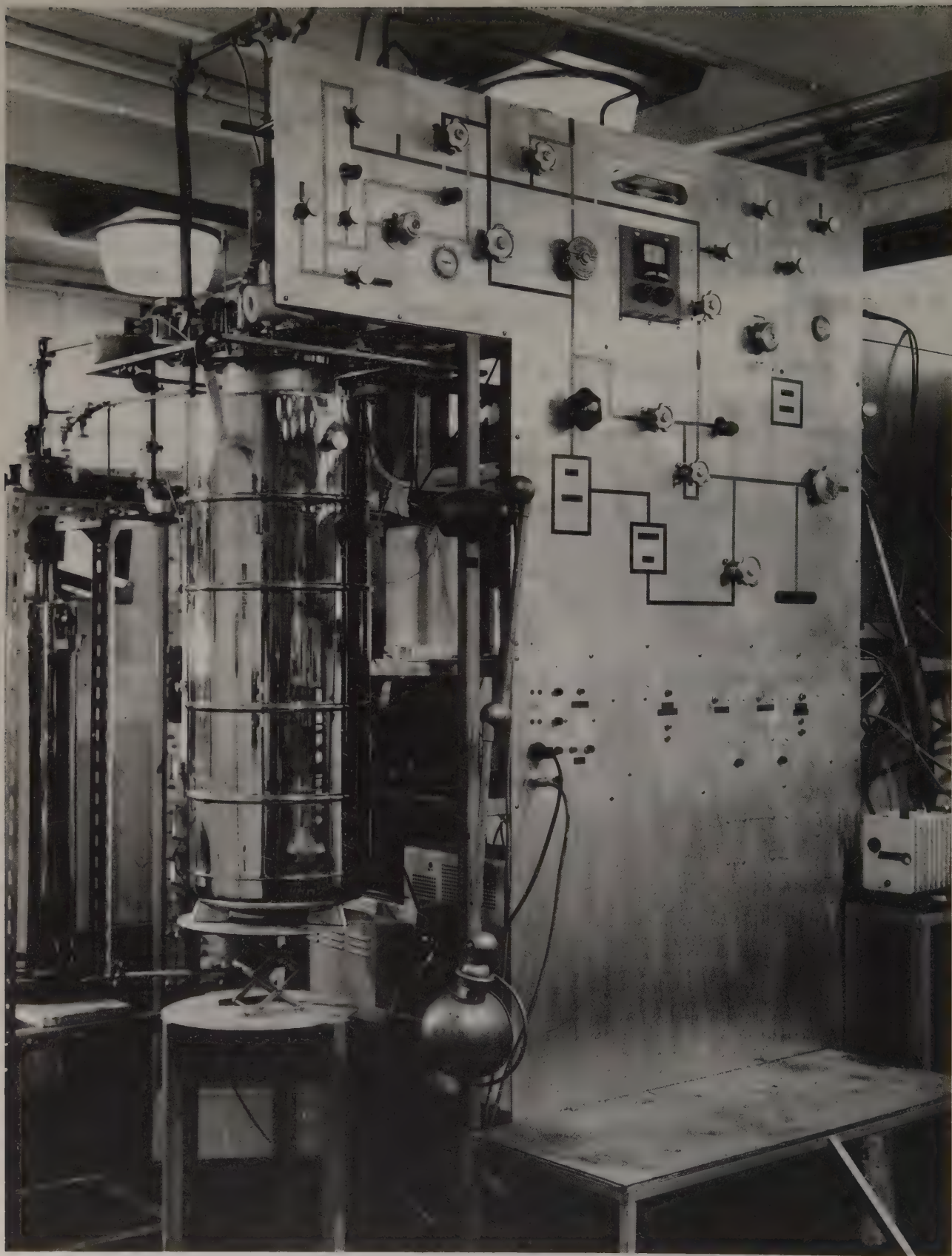
Le champ maximal est 19 k G, pour un courant de 40 A.

Dans l'espace où est placé l'échantillon, l'homogénéité est de 3×10^3 pour un cylindre de $\varnothing 3 \times 8$ mm.

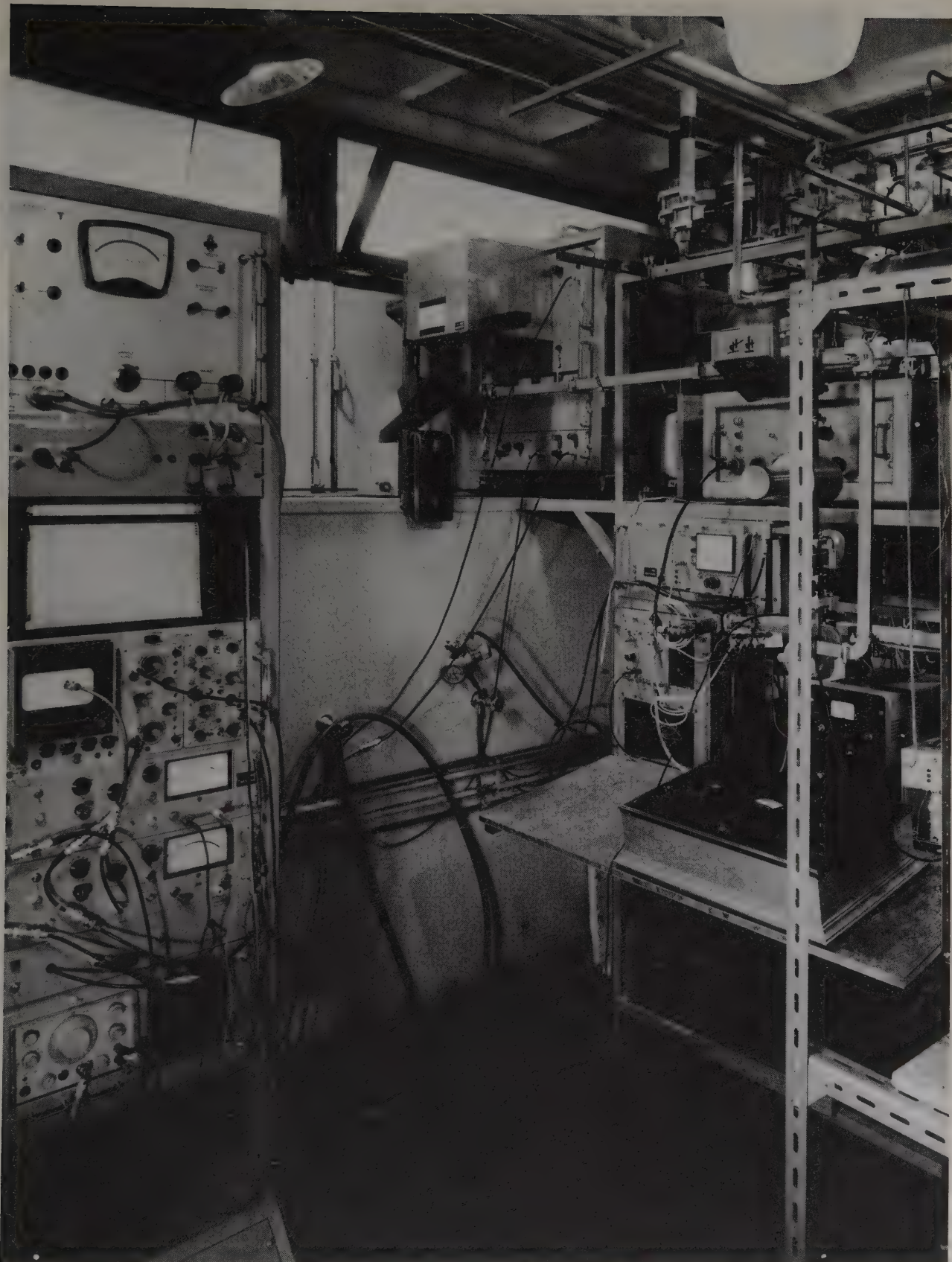
II.B.4.3 - Alimentation 40 A (repère Ya, figure 22)

L'alimentation a été étudiée et réalisée par le LETI-CEA, ses caractéristiques sont les suivantes :

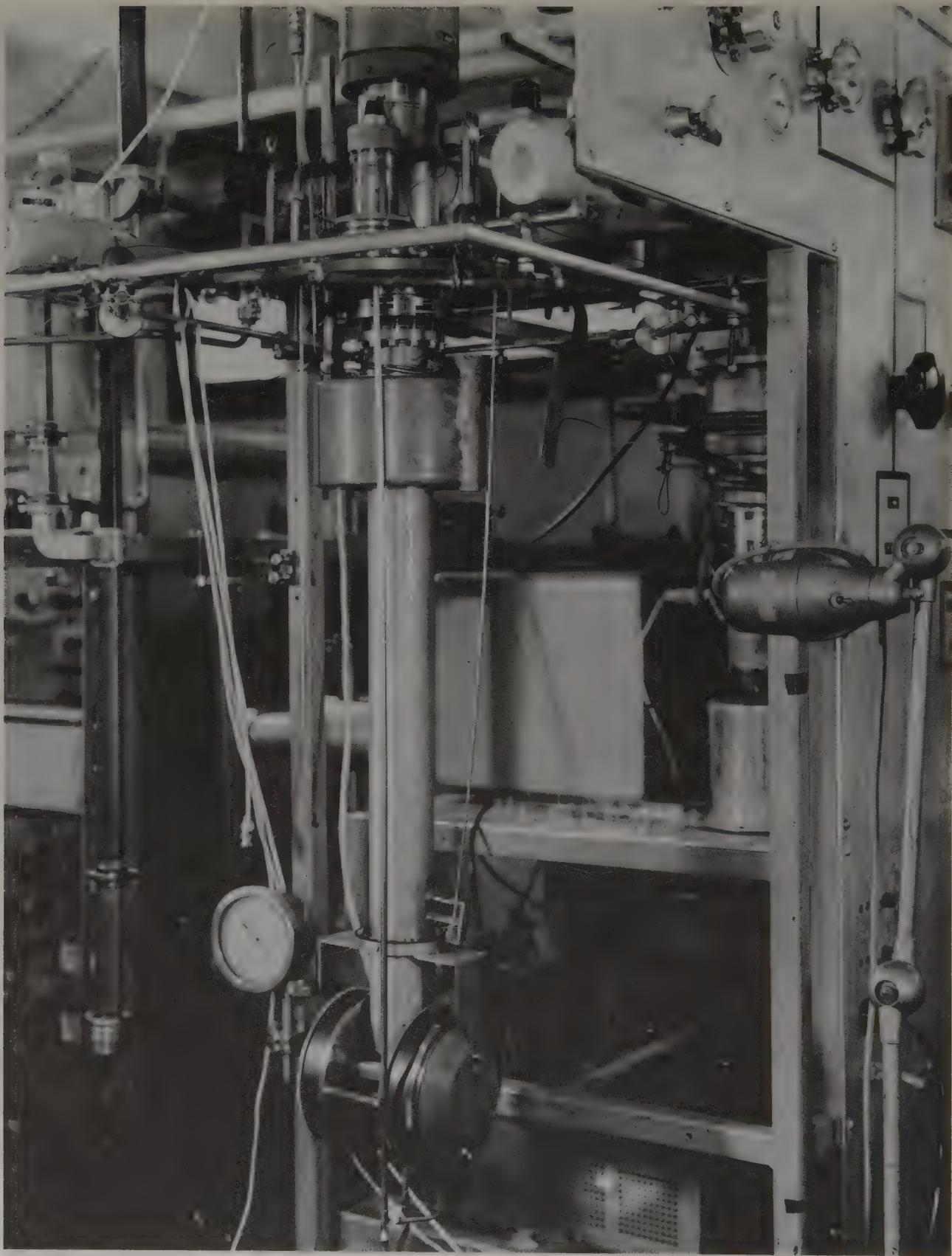
- stabilité de l'ordre de 10^{-4} pour des variations secteur de $\pm 10 \%$;
- montée et descente en courant réglable de 0 à 9,9 A par saut de 0,1 A/mn, avec possibilité d'effectuer des paliers ;
- tension maximale de sortie 5 V.



Vue générale - Circuits de vide et d'hélium



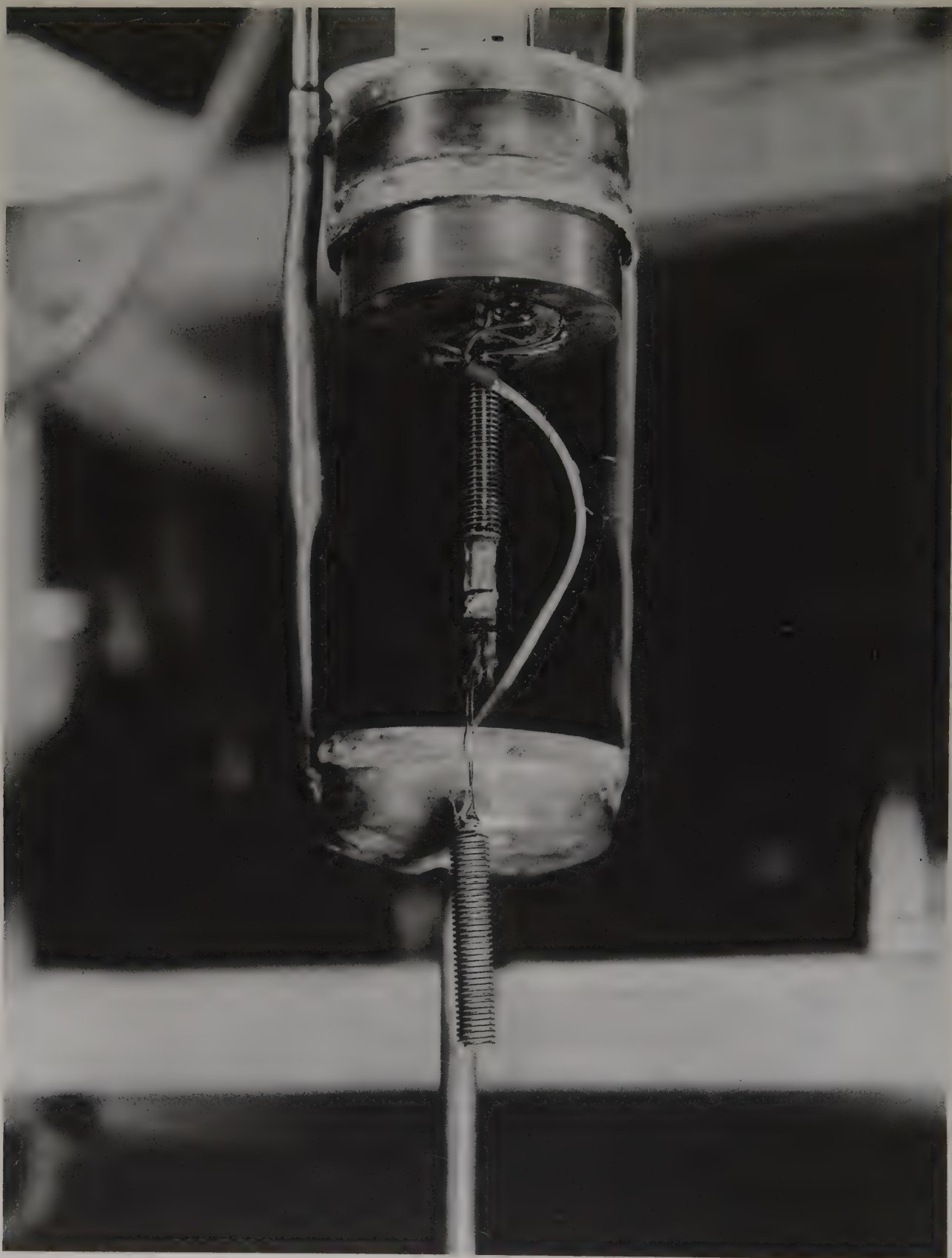
Vue générale - Circuits hyperfréquences



Vue de l'enceinte avec la bobine à champ transversal



Cellule de mesure



Vue de la cavité et de la résistance de chauffage

CHAPITRE III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

III.1 - ETUDE DES PERFORMANCES DE L'APPAREILLAGE

III.1.1 - Facteur de conversion η_g^{-1}

III.1.1.1 - Mesure de η_g

La mesure est effectuée à température constante 4,2°K, en utilisant le générateur à fréquence ajustable (8500 à 9600 MHz) ; un dispositif simple permet de faire varier la distance x_0 , repérée sur la figure 1. La puissance du magnétron est maintenue constante, soit 45 kW crête ; nous disposons donc avant l'atténuateur 0-50 db d'une puissance crête de 450 W. La réception a été étalonnée, sa sensibilité est de - 103 dbm $\pm$ 1 db et l'atténuateur sur le circuit réception est cabré de 0 à 70 db. Suivant la position du quartz, nous accordons la fréquence du magnétron à celle de la cavité, puis nous atténuons la puissance reçue et si nécessaire la puissance incidente, afin que l'amplitude du premier écho soit égale à celle du bruit de fond.

Dans ce cas, le facteur de conversion

$$\eta_g = \frac{P_e \text{ réception}}{P_e \text{ incidente}}$$

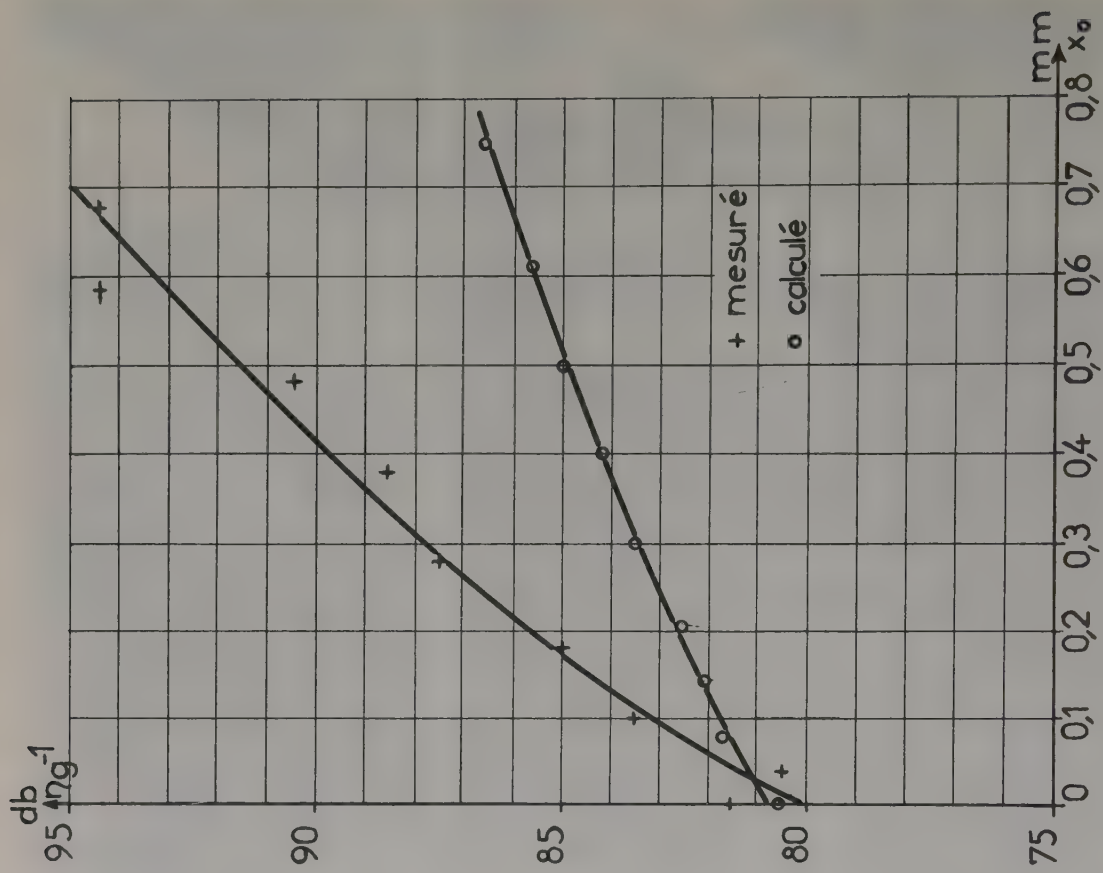
$$\begin{aligned}\eta_g &= - 103 \text{ dbm} - 10 \log 450\,000 + \text{atténuation totale db} \\ &= - 159,5 \text{ dbm} + \text{atténuation db}\end{aligned}$$

La sensibilité de la réception est connue à ± 1 db,
la puissance du magnétron à ± 1 db,
l'atténuation à ± 1 db,
la précision sur η_g est donc de ± 3 db.

III.1.1.2 - Variation de η_g en fonction de x_0

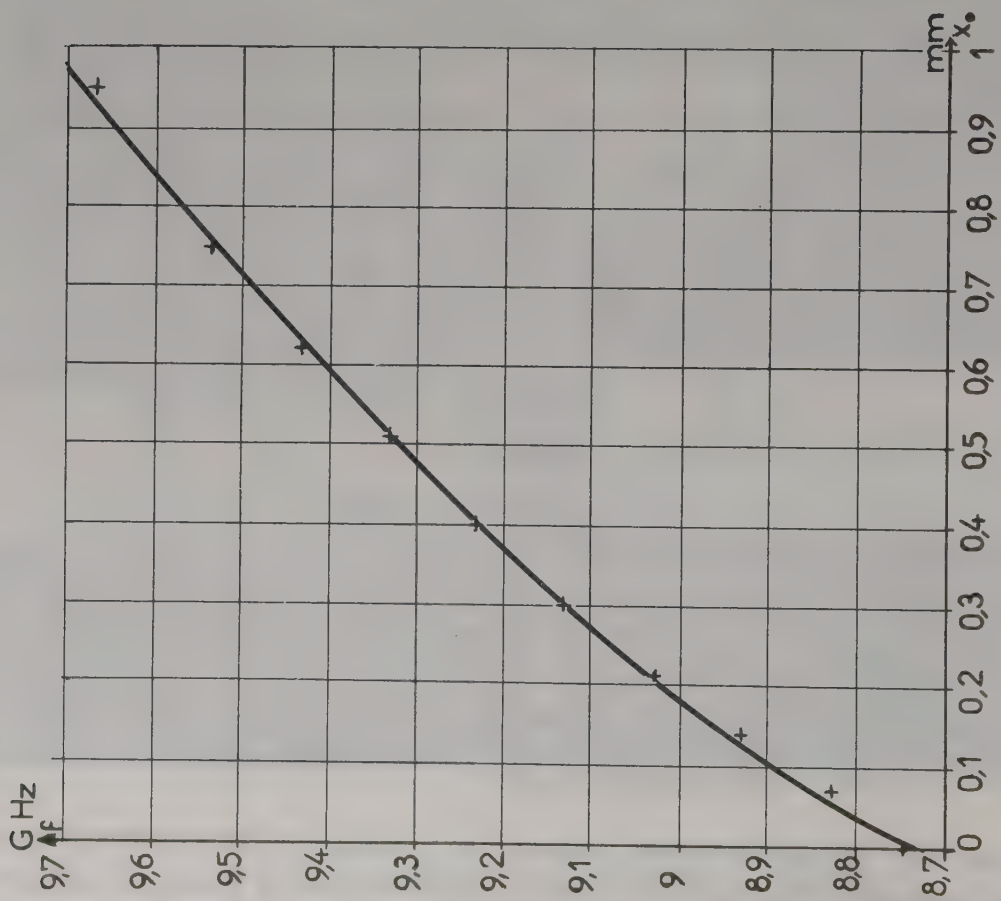
III.1.1.2.1 - Détermination de x_0

Elle est faite de façon indirecte, à partir de la mesure de la fréquence de résonance de la cavité ; nous avons préalablement tracé la courbe donnant la fréquence en fonction de



VARIATION DU FACTEUR DE CONVERSION η_g
EN FONCTION DE LA POSITION x_0 DU QUARTZ A 4.2° K

FIGURE N° 25



VARIATION DE LA FREQUENCE
EN FONCTION DE LA POSITION x_0 DU QUARTZ A 4.2° K

FIGURE N° 24

x_o , $f(x_o)$ à 4,2°K ; cette courbe est déduite par homothétie de la courbe $f(x_o)$ à l'ambiante.

Le tableau suivant et la courbe figure 24 donnent $f(x_o)$ à 4,2°K

x_o mm	0	0,07	0,14	0,21	0,30	0,40	0,51	0,61	0,75	0,95
$f_{\text{MHz}} \text{ } 300^\circ\text{K}$	8722	8800	8900	9000	9100	9200	9300	9400	9500	9632
$f_{\text{MHz}} \text{ } 4,2^\circ\text{K}$	8748	8827	8928	9019	9130	9231	9332	9433	9534	9667

III.1.1.2.2 - Résultats $\eta_g(x_o)$

Ils sont donnés dans le tableau suivant et par la courbe de la figure 25

f_{MHz}	8748	8800	8900	9000	9097	9200	9300	9400	9519
A_{db}	78	79	76	74,5	72	71	63	65	65
$\eta_{\text{g db}}^{-1}$	81,5	80,5	83,5	85	87,5	88,5	90,5	94,5	94,5

Nous remarquons que la dispersion des points sur la courbe ne dépasse pas ± 1 db, sauf pour le point $x = 0$ où la valeur de η_g^{-1} est supérieure à celle que l'on peut déduire de la courbe, ce résultat est reproductible. Il peut s'expliquer par le fait que le quartz est appliqué avec une certaine force sur l'âme de la cavité, ce qui entraîne un amortissement du signal.

Nous pouvons comparer ces résultats aux valeurs de η_g , calculées par la formule donnée au chapitre I.

Nous avons vu que $\eta_g = r^2$ et dans le cas $x_o \ll x_g$

$$r = \frac{K^2 \nu S(x_o) Q}{\omega_o (\epsilon - 1)} \qquad \text{(page 7)}$$

avec
$$S(x_o) = - \frac{1}{f} \left(\frac{\Delta f}{\Delta x} \right) x_o$$

$$K^2 = 10^{-2} \qquad \text{JACOBSEN [8]}$$

$$\epsilon = 4,5$$

$$\nu = 5,71 \times 10^5 \text{ cm/s mesurée } \pm 0,03.10^5$$

$$Q = 2000 \pm 10 \% \text{ mesurée}$$

$$f_o = 8748 \text{ MHz mesurée}$$

$$S(x_o) \text{ est déterminée sur la courbe } f(x_o)$$

Pour $x_o = 0$, $S(0) = 1,545 \text{ cm}^{-1} \pm 10 \%$

D'où

$$\begin{aligned} r &= 0,94 \times 10^{-4} \\ \eta_g &= 0,90 \times 10^{-8} \\ &= -80,5 \text{ db} \pm 6 \text{ db} \end{aligned}$$

L'accord est donc excellent entre le calcul et la mesure pour $x_o = 0$.

Pour des valeurs de $x_o \neq 0$, nous savons que la loi précédente n'est pas rigoureusement applicable et nous utilisons la formule sous la forme :

$$r = \frac{K^2 v Q_o}{\omega_o [x_o (\epsilon - 1) + x_g]} \times a$$

avec
$$a = \frac{S(x_o)}{\epsilon - 1} [x_o (\epsilon - 1) + x_g]$$

que nous considérons constant et égal à la valeur pour $x_o = 0$, soit 0,137, d'où le tableau suivant et la courbe figure 25.

x_o	0	0,07	0,14	0,21	0,30	0,40	0,50	0,62	0,75
f_o	8748	8827	8928	9029	9130	9231	9332	9433	9534
$\eta_g^{-1} \text{ db}$	80,5	81,6	82,1	82,6	83,5	84,2	85	85,7	86,6

Nous voyons que les courbes mesurées et calculées s'écartent l'une de l'autre lorsque x_o croît. Ceci peut s'expliquer par le fait que nous n'avons pas tenu compte des déformations des lignes de champ.

Pratiquement, nous avons travaillé avec $x_o = 0$; le facteur de conversion est alors très proche de la valeur théorique définie dans le chapitre I, paragraphe I, page 6, où nous avons $\eta_g = 10^{-6}$ à multiplier par a^2 (page 7), qui est de l'ordre de 10^{-2} , nous retrouverons les - 80 db mesurés, nous avons couramment des facteurs de conversion de l'ordre de 85 db.

Nous avons constaté qu'il n'y a pas de relation directe entre le niveau des premiers échos, qui apparaît constant, et le nombre d'échos visibles, qui varie de 30 à 100, comme le montrent les photos 1 et 2.

Par ailleurs, nous observons la modulation de l'amplitude des échos, en $\frac{\sin x}{x}$; si nous comparons les photos 1 et 2, nous voyons que dans le cas de la photo 1, où le nombre d'échos est de l'ordre de 150, la modulation du signal est insignifiante ; par contre, elle apparaît nettement sur la photo 2, où nous avons moins d'échos.

Ces résultats sont en plein accord avec ceux de GATE [8].

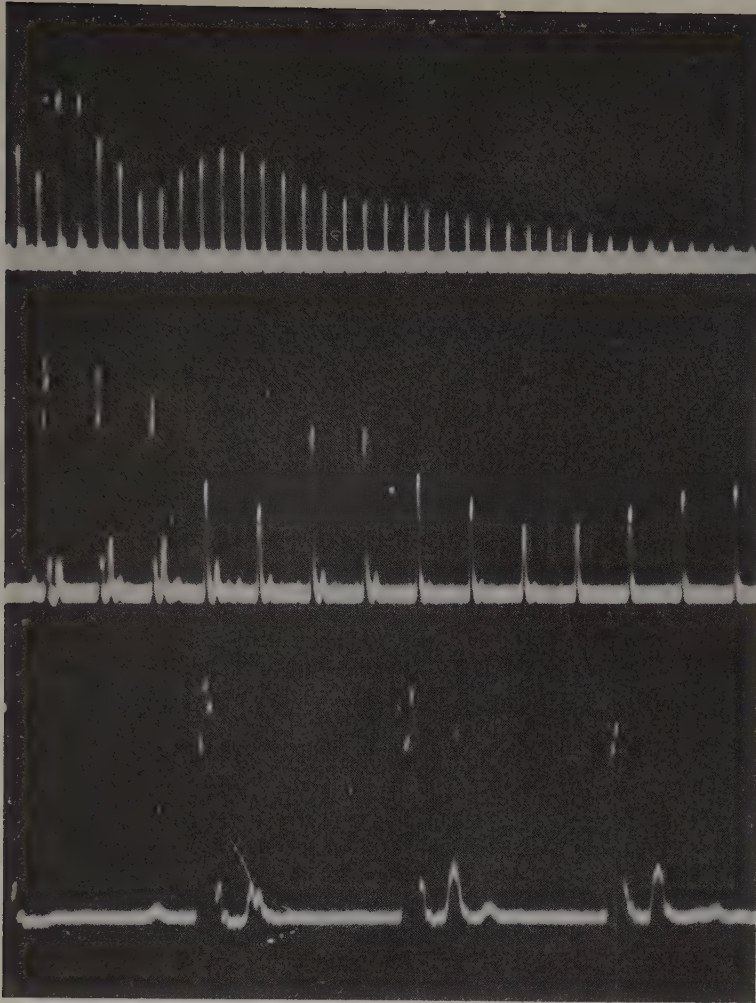


PHOTO 1

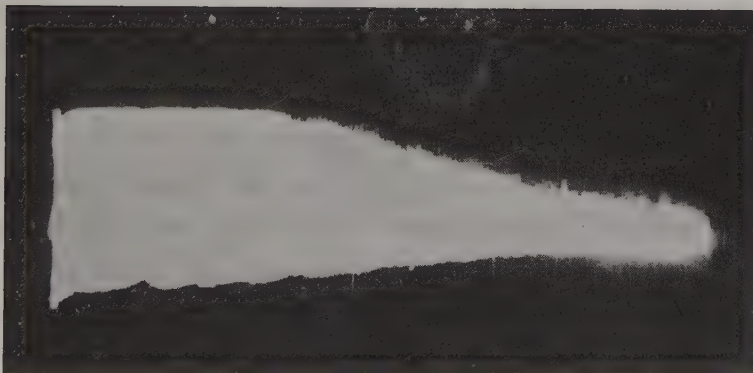


PHOTO 2

III.1.2 - Liaison quartz - échantillon

Le quartz et l'échantillon étant taillés correctement, nous avons vu que leur liaison doit : assurer une excellente géométrie (orientation des axes et parallélisme), avoir une faible épaisseur et présenter une bonne tenue mécanique à froid.

III.1.2.1 - Technique de collage classique

On utilise généralement une colle très fluide comme liant ; nous avons tout d'abord effectué des essais avec différentes colles, pour des liaisons quartz-échantillon de MgO (axe parallèle à [1.0.0.]), quartz-échantillon d'alumine (axe perpendiculaire ou parallèle à l'axe cristallin C).

III.1.2.1.1 - Colles à prise lente

Nous avons essayé l'araldite Ay 103 avec le durcisseur 951 et la colle BR 600 de micromesure.

Pour la réalisation, nous employons le montage de la figure 26, dont le principe est connu par les divers expérimentateurs. Il permet un auto-alignement de l'ensemble et assure un bon parallélisme des extrémités, si l'on s'est assuré que le joint de colle est fin.

III.1.2.1.2 - Colle à prise rapide : cyanolite

Le temps de prise est de 15 secondes ; dans ce cas, le quartz et l'échantillon sont directement appliqués, à la main, en exerçant un léger mouvement rotatif pour obtenir un joint mince et uniforme.

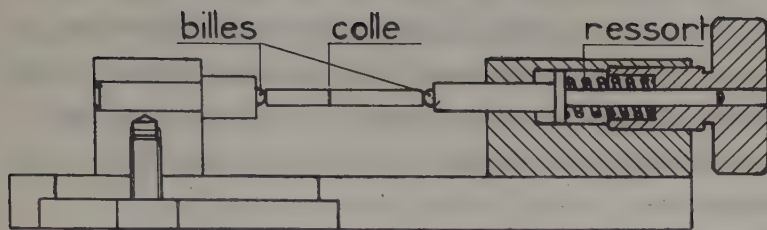
Dans les deux cas, le parallélisme est vérifié à l'aide d'une lunette auto-colimatrice ; une tolérance de 3' est admise. Il est à remarquer que la réussite de cette opération est de 80 % dans le premier cas et de 20 % dans le second. Si le parallélisme n'est pas bon, le collage est dissout ; le temps de dissolution varie de une heure à une semaine suivant la colle.

Après vérification de la tenue du collage à l'azote liquide, il est testé en propagation hypersonore sur le montage à température fixe 4,2°K, l'amplitude des échos de l'échantillon doit être, au minimum, égale au bruit de fond, pour que l'on puisse effectuer des mesures.

Il faut remarquer qu'un type de colle ne convient pas pour tous les échantillons, une recherche systématique est donc nécessaire ; de plus, les chances de réussite sont très aléatoires et le collage se détériore dans le temps ; un collage dure une à trois semaines environ. Un autre problème réside dans le temps nécessaire pour dissoudre la colle. Le pourcentage de réussite dans notre cas était de l'ordre de 10 %, il est sûrement supérieur pour des utilisateurs expérimentés, mais le collage est toujours problématique.

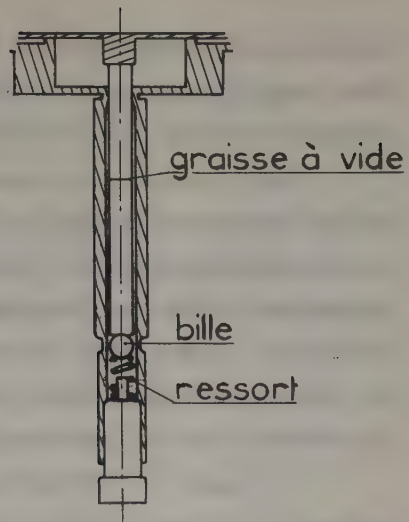
III.1.2.2 - Nouvelle méthode de liaison

Etant donné les difficultés signalées ci-dessus, nous avons recherché une méthode de



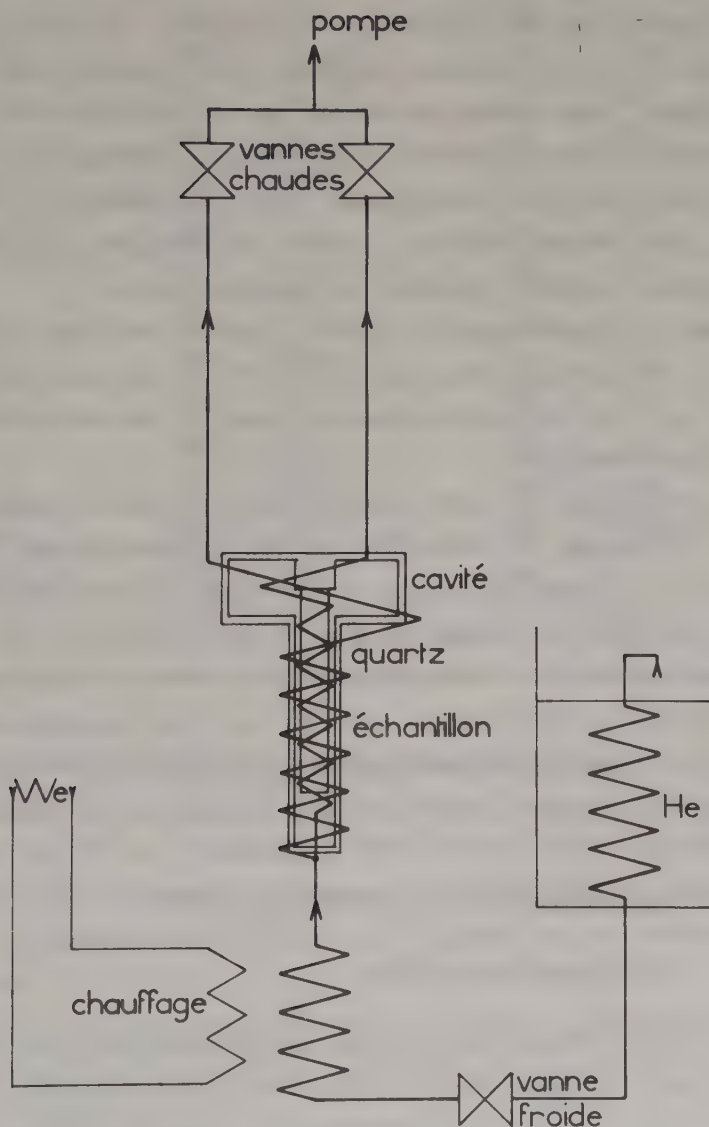
LIAISON PAR COLLE, REALISATION

FIGURE N° 26



LIAISON PAR GRAISSE A VIDE

FIGURE N° 27



CIRCUITS D'ECHANGE TYPE II

FIGURE N° 28

liaison nous garantissant une bonne tenue mécanique à froid et d'emploi simple. Pour cela, nous avons réalisé un ensemble similaire au montage utilisé pour le collage classique, assurant cette tenue mécanique (voir figure 27).

Dans ce cas, nous avons $x_0 = 0$, ce qui, comme nous l'avons vu, est favorable en ce qui concerne le facteur de conversion, mais nécessite l'emploi d'un magnétron à fréquence ajustable dans une large bande ; la colle est alors remplacée avantageusement par de la graisse à vide aux silicones. Le dessin de la figure 27 montre le système que nous avons réalisé ; il nous permet d'assurer un auto-alignement en exerçant une faible pression par un ressort. Cette pression doit être assez faible pour ne pas introduire des contraintes trop importantes dans le quartz et l'échantillon.

Le quartz et l'échantillon sont soigneusement nettoyés, puis une face du quartz est enduite de graisse à vide et l'échantillon est appliqué sur le quartz, en exerçant un léger mouvement rotatif, ensuite l'ensemble est introduit dans la queue de la cavité, suivi de la bille, du ressort et de la vis.

Les premiers essais ont été effectués sur des quartz ; les résultats étant positifs, nous avons utilisé ensuite des échantillons d'alumine, pour lesquels nous n'avions pas pu réaliser de bons collages, nous avons ainsi obtenu des échos 20 à 30 db au-dessus du bruit de fond, ce qui permet d'effectuer facilement des mesures d'absorption. Les essais avec l'échantillon de MgO nous ont donné des signaux 4 db plus faibles que ceux du quartz ; en utilisant de la colle, nous avions 30 db en moyenne. D'autre part, le temps de séparation est nul et le vieillissement semble inexistant sur quelques jours.

Jusqu'à présent, le pourcentage de réussite, dans le cas d'une propagation longitudinale, est de 100 % ; nous voyons donc que cette méthode est très avantageuse par rapport au collage classique, car elle élimine pratiquement tous les inconvénients, tout en permettant un bon couplage quartz-échantillon.

L'utilisation systématique de cette nouvelle technique nous a permis d'autre part d'améliorer le circuit d'échange en faisant circuler du gaz dans la cavité ; ceci n'est pas possible dans le cas de la liaison par colle, car le quartz et l'échantillon ne sont pas solidaires de la cavité : en effet, le passage du gaz introduit de légers mouvements du quartz, d'où une instabilité de la fréquence de résonance. Nous avons vu (II.A.1.1.2.2) que la dépression nécessaire à la circulation du gaz est très faible et constante pour une température fixe ; la puissance d'amorçage de la cavité reste donc élevée et la fréquence de résonance constante dans le nouveau dispositif, dont le circuit de principe est donné sur la figure 28.

III.1.3 - Mise en température de la cellule de mesure

III.1.3.1 - Étalonnage de la diode

Cet étalonnage a été effectué sur un appareil de conduction thermique, par comparaison avec une résistance au germanium ; celle-ci avait été étalonnée au thermomètre à gaz par M. NEUMAÏER [16]. La diode et la résistance sont placées dans un bloc de cuivre, dont on fait varier la température.

La diode est alimentée à courant constant 100 μ A, les mesures du courant et de la

et de la tension sont effectuées par une méthode d'opposition avec une précision de 2×10^{-4} pour le courant et $1,5 \times 10^{-5}$ pour la tension. Ce qui correspond d'après les caractéristiques données par le fournisseur et après vérification, à une précision de $0,01^\circ\text{K}$ sur la température.

La mesure de la résistance germanium est faite par la méthode des quatre fils, la précision sur le courant et la tension est de 10^{-3} , soit 2×10^{-3} sur la résistance.

Ces précisions sont supérieures à celle de l'étalonnage de la résistance germanium, qui est de 2×10^{-3} dans la gamme de 4°K à 40°K , d'après M. NEUMAÏER [16].

En définitive, nous obtenons une précision de $0,1^\circ\text{K}$ à 4°K et de 1°K à 40°K .

Les résultats sont donnés dans le tableau suivant et figure 29.

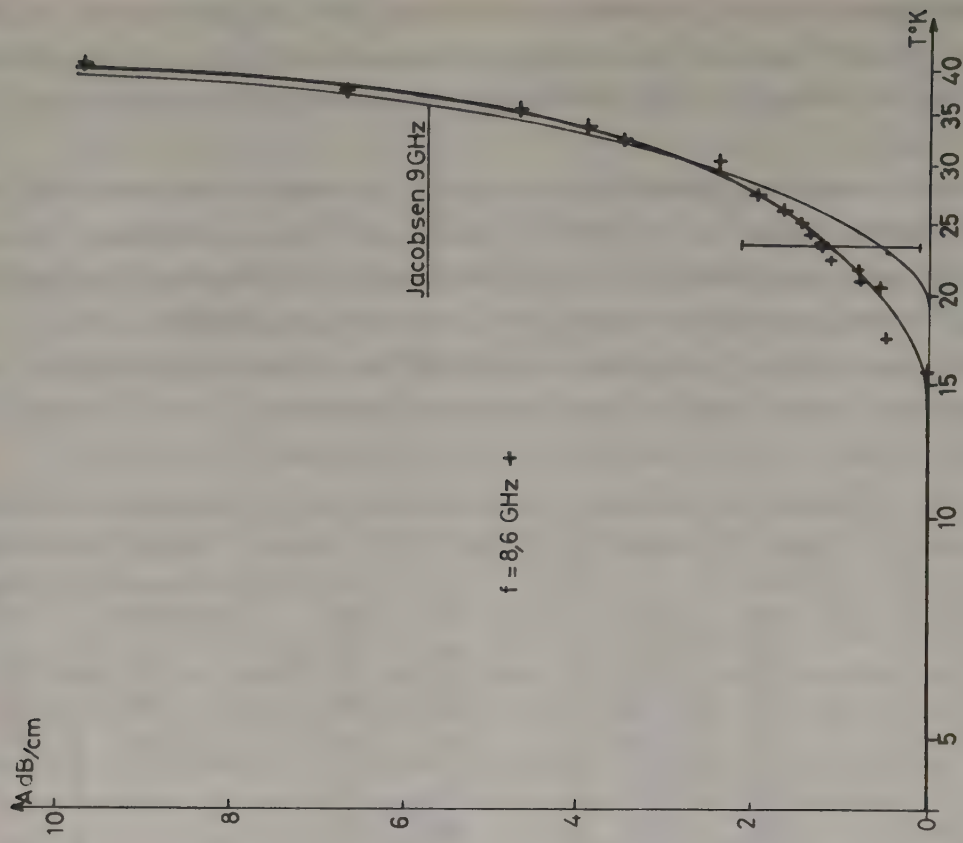
U _{diode} V	T °K	U _{diode} V	T °K	U _{diode} V	T °K	U _{diode} V	T °K
1,48 114	3,7°	1,47 412	12,0	1,46 816	26,2	1,45 9940	41,3
086	3,8	366	13,15	757	27,45	862	41,65
064	3,9	340	13,89	687	28,7	828	42,1
038	4,0	304	14,75	586	30,6	1,42 1545	77
013	4,15	267	15,8	541	31,4		
1,47 990	4,25	222	16,9	466	32,7		
945	4,45	167	18,3	446	33,0		
871	4,95	099	19,9	376	34,1		
784	5,5	075	20,5	355	34,5		
716	6,2	051	21,0	337	34,8		
638	7,2	002	22,2	260	36,0		
578	8,2	1,46 984	22,4	158	37,6		
522	9,3	965	23,0	118	38,15		
470	10,55	937	23,6	051	39,1		
444	11,2	903	24,35	009	39,8		

III.1.3.2 - Temps de mise en équilibre thermique

L'essai est effectué au voisinage de 80°K , c'est-à-dire que l'hélium gazeux est refroidi par un bain d'azote liquide. La température est réglée à partir de la diode de mesure, l'écart de température entre la diode et l'échantillon est mesuré avec un thermocouple AuFe chromel.

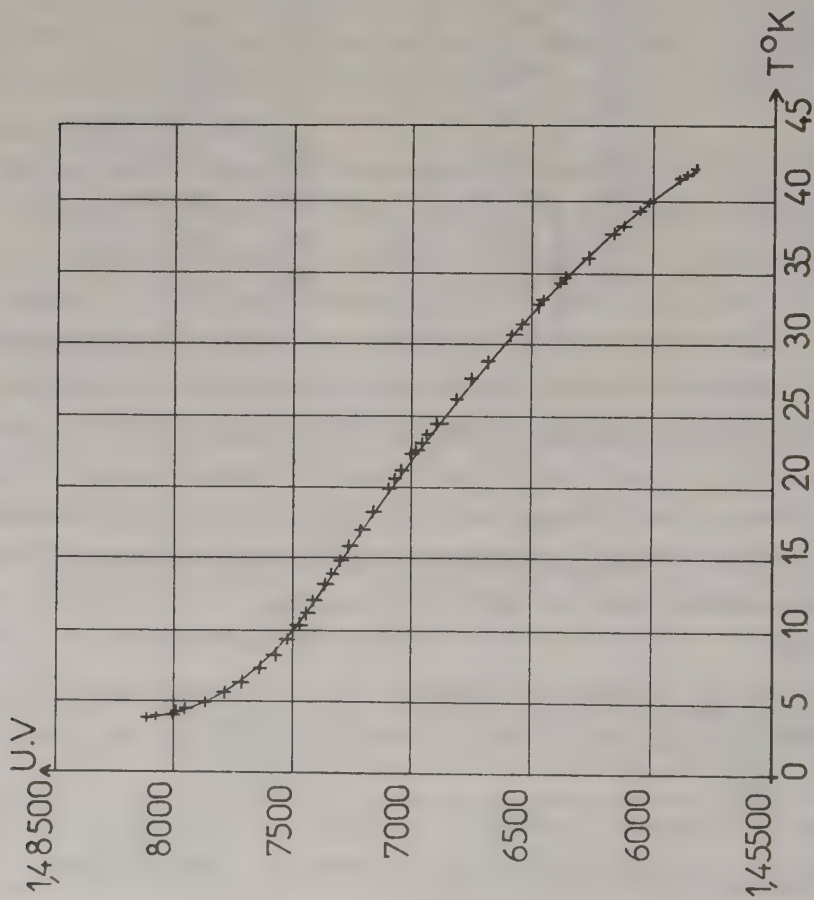
L'étude est faite en imposant des sauts de 3°K en température ; la puissance électromagnétique dissipée dans la cavité est de l'ordre de $0,6 \text{ W}$, ce qui correspond aux conditions de mesures réelles.

Dans ce cas, le temps de réponse de la régulation au niveau de la diode est de l'ordre de 30 secondes ; à cet instant, l'écart de température entre la diode et l'échantillon



ATTENUATION DES HYPERSONS DANS LE QUARTZ

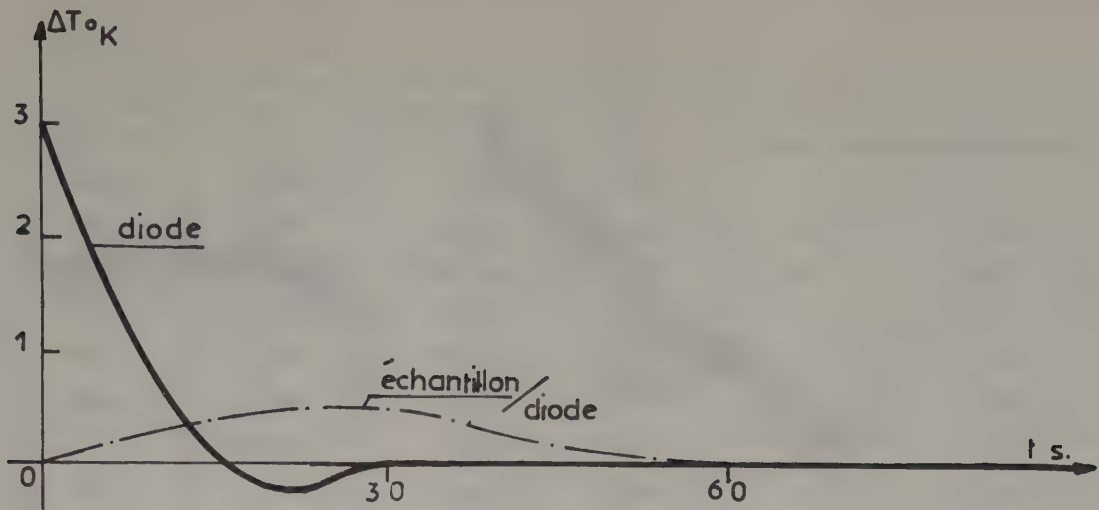
FIGURE N° 31



COURBE D'ETALONNAGE DE LA DIODE $U = f(T)$ $I = 100 \mu A$

FIGURE N° 29

est de $0,5^{\circ}\text{K}$ et il devient négligeable après 30 secondes.



- Figure 30 -

La précision de la régulation est supérieure à $0,1^{\circ}\text{K}$; la cause de dérive la plus importante provient du potentiomètre Meci, qu'il faut étalonner toutes les heures.

Enfin, nous avons constaté que la puissance de chauffage nécessaire pour obtenir une température donnée dépend beaucoup du soin apporté au montage : nettoyage des différents circuits, distance d'isolement thermique de la cellule de mesure, vide d'isolement, etc. L'ouverture de la vanne chaude est prépondérante et plus critique que celle de la vanne froide. Lorsque le montage est correctement réalisé, une puissance de 2 W est suffisante pour obtenir 50°K (en général, 4 à 5 W sont nécessaires).

L'ensemble de ces résultats montre l'efficacité et le bon fonctionnement des circuits d'échanges et de la régulation.

III.1.4 - Atténuation des hypersons dans le quartz en fonction de la température

Ces mesures sont effectuées dans le seul but de tester l'appareil à température variable. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant : sur la figure 31, nous les comparons à ceux obtenus par JACOBSEN [17] à 9 GHz (cette fréquence est très proche de la nôtre $f = 8,61$ GHz ; en effet, l'atténuation dépend non seulement de la température, mais aussi de la fréquence). La correspondance des courbes est bonne entre 30 et 40° ; pour les températures plus basses, il apparaît un certain écart, mais il nous est difficile de conclure en raison de la faible précision des mesures ; JACOBSEN indique une précision de ± 1 db, ce qui est aussi notre cas, et nous voyons qu'en tenant compte de cette remarque, nos résultats se trouvent dans la plage d'incertitude de ceux de JACOBSEN.

Tableau des résultats

T °K	A db/cm	T °K	A db/cm	T °K	A db/cm
5,5	0	17,5	0,5	26,2	1,66
6,2	0	20,5	0,56	27,5	1,96
7,2	0	21,0	0,76	30,6	2,4
8,2	0	21,7	0,8	32,7	3,5
9,3	0	22,4	1,13	34,15	3,93
10,5	0	23,05	1,23	36	4,66
11,2	0	23,6	1,23	38,15	7
13,1	0	24,35	1,36	42	9,66
15,8	0	25,2	1,46		

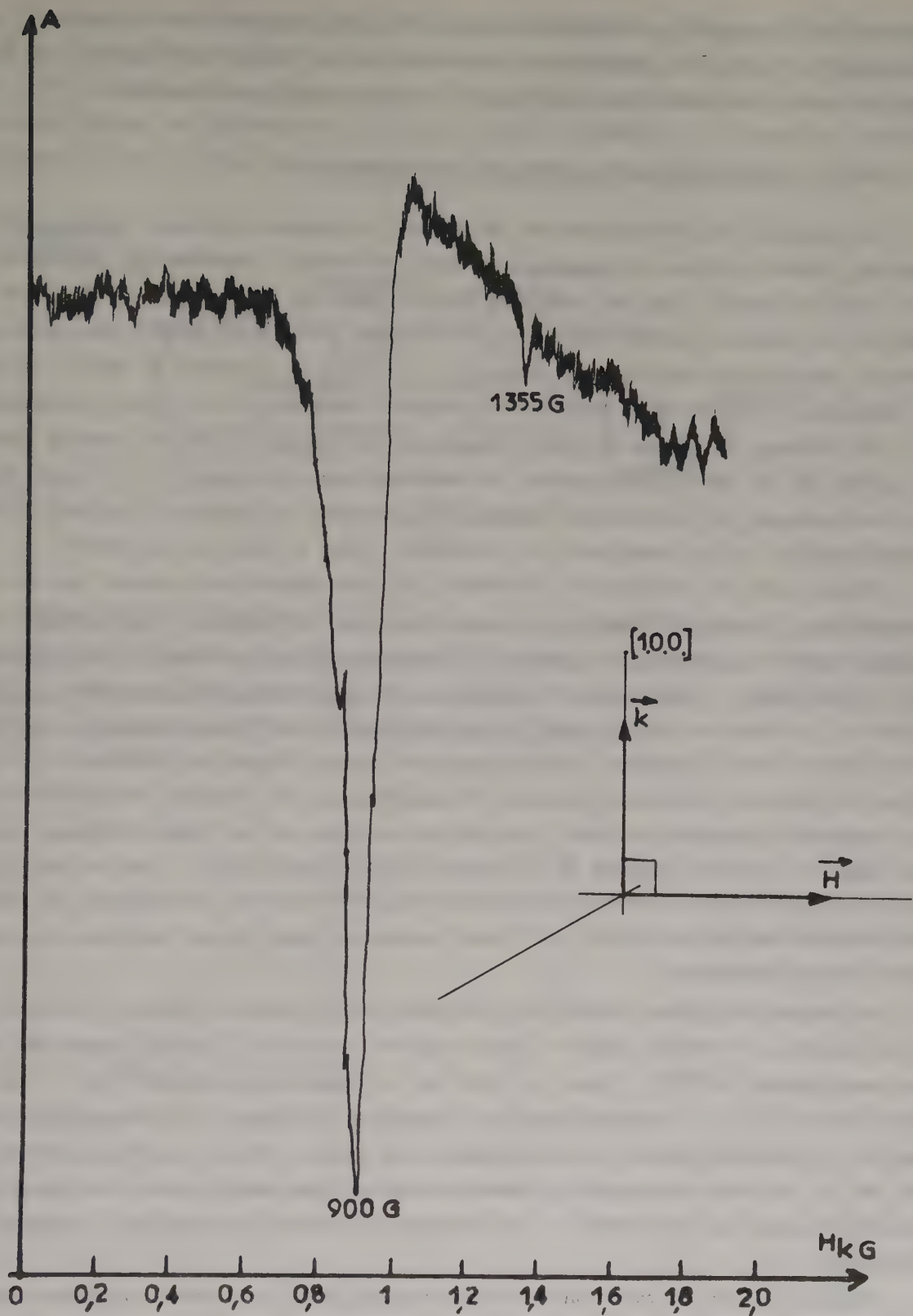
III.1.5 - Raie de Fe^{2+} dans MgO

Nous avons pu tester notre appareillage, en ce qui concerne les possibilités d'études en RPA, sur un échantillon de MgO , contenant des ions Fe^{2+} , aimablement prêté par M. JOFFRIN. En effet, M. JOFFRIN a effectué sur ce système une étude détaillée, tant théorique qu'expérimentale [18]. Le niveau de Fe^{2+} en site cubique est un singulet orbital et un triplet de spin $S = 1$, il existe donc deux transitions possibles $\Delta M = 1$ et $\Delta M = 2$. JOFFRIN a étudié la position de ces raies en fonction du champ magnétique (direction et intensité).

Dans le cas où l'angle $\Theta = (\vec{H}, \vec{k} \text{ phonon})$ (avec $\vec{k}$ phonon parallèle à l'axe $[1,0,0]$) est égal à $\pi/2$, il a montré que seule la raie $\Delta M = 2$ est visible ; le champ de résonance est de 980 gauss, pour une fréquence des hyperons de 9375 MHz, quelle que soit la direction de $\vec{H}$ dans le plan perpendiculaire à $\vec{k}$.

Nous avons observé dans les mêmes conditions d'orientation la raie $\Delta M = 2$ à 900 gauss, pour une fréquence de 8610 MHz (figure 32), le champ de résonance étant proportionnel à la fréquence, ce résultat est en bon accord avec celui de JOFFRIN. Nous avons également vérifié que le champ de résonance est constant, quelle que soit la direction de $\vec{H}$ dans le plan perpendiculaire à $\vec{k}$. Ces résultats concordent très bien avec ceux de JOFFRIN.

Pour ces mesures, nous avons utilisé deux échantillonneurs, l'un pour vérifier que l'amplitude d'un écho du quartz reste constante et le second pour mesurer l'écho de l'échantillon. Des enregistrements ont été effectués pour différentes vitesses de montée en champ magnétique et différentes valeurs de la constante de temps du second échantillonneur (voir II.B.3.2). Nous avons ainsi effectué quelques constatations, dont nous parlons dans le paragraphe ci-après. L'enregistrement de la figure n° 32 a été obtenu avec une vitesse de montée de l'ordre de 250 gauss/mn et une constante de temps Θ de 0,2 seconde ; on peut



A AMPLITUDE DU 1er ECHO DE MgO (Fe^{2+} , Ni^{2+}) [100]

$\nu_{\text{phonons}} = 8610 \text{ MHz}$

FIGURE N° 32

considérer que la réponse de l'échantillonneur est totale au bout de $5 \Theta = 1$ seconde, or la demi-largeur de la raie au sommet côté front raide est de l'ordre de 95 gauss, soit en temps, environ 15 secondes. Les conditions de mesures sont donc correctes.

III.1.6 - Remarques sur les mesures de l'atténuation

La sensibilité de l'échantillonneur croît avec la constante de temps utilisée. Nous avons donc intérêt à utiliser de grandes constantes de temps ; nous sommes cependant limités par la forme du signal : (cas de raies très fines) il faut que la variation observée soit en phase avec la variation réelle. Dans le cas d'une étude sous champ magnétique variable, la largeur en temps de la raie observée dépend de la vitesse de variation du champ ; il est donc nécessaire de rechercher un compromis entre la sensibilité et la durée des expériences.

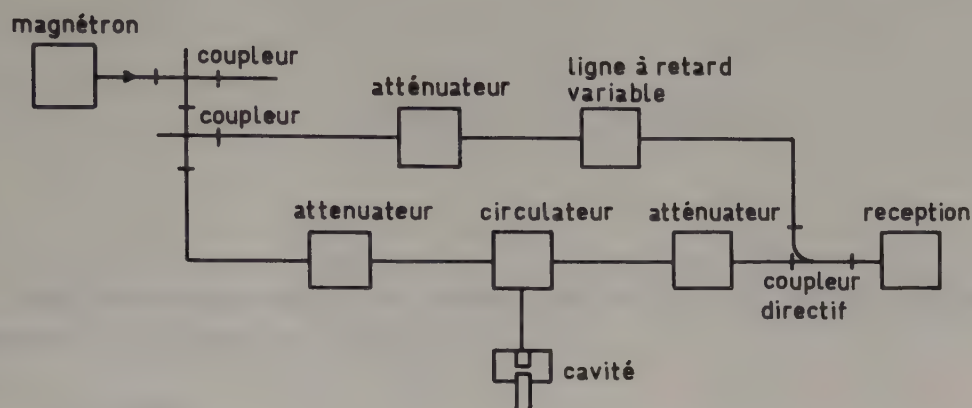
Par ailleurs, la valeur du champ magnétique est déduite du courant dans la bobine et nous savons (loi de LENZ) qu'il apparaît un déphasage entre le courant et le champ magnétique ; ce déphasage est inversement fonction de la vitesse de variation du courant, d'où une seconde condition, qui se superpose à la précédente, pour le choix de la vitesse.

D'autre part, les résultats de JOFFRIN [18] ont montré qu'il existait une certaine dispersion de la vitesse de phase au voisinage des raies d'absorption. Ce fait appelle deux remarques quant à la validité des mesures. D'après son principe même, l'échantillonnage est effectué à un instant t déterminé et fixe par rapport à l'impulsion du magnétron ; il en résulte que si la vitesse de phase varie, la position relative de l'échantillonnage, par rapport à l'écho étudié, varie également ; pour obtenir une mesure valable de l'atténuation, il faut donc que la forme de l'écho soit telle que l'échantillonnage soit toujours effectué dans une zone à amplitude constante de l'écho, malgré les variations de la vitesse de phase. Dans le cas de MgO, la variation relative de la vitesse est de l'ordre de 10^{-5} , soit en temps, pour une durée de parcours de l'onde de l'ordre de $3 \mu s$, $\Delta t = 0,03 ns$; en général, la durée d'une impulsion est de l'ordre de $1 \mu s$; nous voyons que dans ce cas nous nous trouvons dans de bonnes conditions.

Un second phénomène découle de la variation de la vitesse de phase, c'est une variation de l'amplitude de l'écho observé ; nous avons vu en effet (I.3.2) que l'amplitude des échos varie comme $\frac{\sin x}{x}$, avec $x = \alpha k$, où α dépend de la géométrie et k est le vecteur d'onde $= \frac{\omega}{v}$. Il apparaît donc que l'amplitude des échos, ou l'atténuation relative, dépend de la vitesse de phase ; cette dépendance est plus ou moins importante suivant la valeur de α . Les deux remarques précédentes montrent que dans le cas où la variation de la vitesse de phase est importante, il est nécessaire d'en tenir compte dans l'étude de l'absorption.

Une autre cause de variation de l'amplitude de l'écho de l'échantillon réside dans les caractéristiques acoustiques de la liaison quartz-échantillon ; celles-ci peuvent en effet varier avec le champ magnétique ou la température, et par suite également l'énergie transmise et l'énergie réfléchie au niveau de la liaison ; un tel effet peut être décelé par l'étude de l'écho du quartz, c'est-à-dire de l'énergie réfléchie, mais nous avons vu que d'autres paramètres intervenaient (fréquence et puissance du magnétron, fréquence de résonance de la cavité...)

Une étude systématique des caractéristiques d'une liaison en fonction du champ magnétique et de la température serait donc intéressante ; on pourrait l'effectuer en utilisant deux quartz. Par ailleurs, nous pourrions modifier les circuits hyperfréquences, pour effectuer une mesure précise de l'atténuation du signal et détecter également les variations importantes de la vitesse de phase. Nous proposons ci-après un schéma de principe possible (figure 33)



Nous dérivons un signal de référence proportionnel à la puissance du générateur, et nous l'appliquons sur la réception par l'intermédiaire d'une ligne à retard et d'un atténuateur ; nous pouvons donc superposer ce signal de référence à l'écho étudié et définir ainsi sa position et son amplitude par rapport à l'impulsion du magnétron.

CHAPITRE IV

ETUDE DE Mn^{3+} DANS Al_2O_3

Cette étude est entreprise en relation avec les mesures de conductibilité aux basses températures de Madame de GOER [22].

IV.1 - Rappel

Les expériences de conductibilité thermique en champ magnétique nul et sous champ magnétique ont montré que les ions paramagnétiques Mn^{3+} , Cr^{2+} , dont le fondamental est un doublet orbital, donnent lieu à des absorptions résonnantes des phonons et sont fortement couplés au réseau. Ces ions n'ayant jamais été observés par R.P.E. dans Al_2O_3 , une étude en R.P.A. semble d'un grand intérêt. Robert GUERMEUR, Jacques JOFFRIN, Alain LEVELUT et Jean PENNE [19] ont d'ailleurs observé dans des rubis irradiés au γ des raies, qui peuvent être dues aux ions Cr^{2+} , isoélectroniques de Mn^{3+} ; l'axe $\vec{c}$ étant perpendiculaire au vecteur $\vec{k}$ de propagation des hypersons, GUERMEUR et al. donnent un diagramme des champs magnétiques de résonance en fonction de l'orientation de $\vec{H}$, dans le plan $\vec{c}$, $\vec{k}$, ainsi que dans le plan perpendiculaire. Ils formulent des hypothèses quant à l'attribution des raies, expliquent une certaine dissymétrie de celles-ci par la sensibilité de l'ion aux distortions du réseau et mentionnent de grandes valeurs d'absorption (10 db/cm).

IV.2 - Résultats expérimentaux

Tenant compte des résultats précédents, nous avons étudié un échantillon cylindrique d' Al_2O_3 , contenant environ 60 ppm de manganèse et dont l'axe est perpendiculaire à c .

Nous avons utilisé : des signaux de fréquence 8610 MHz et de durée 0,7 μs et la bobine 20 kG pour champ transversal (comme dans le cas de MgO). Pour différentes orientations du champ magnétique dans un plan perpendiculaire à $\vec{k}$ et $\vec{c}$, nous avons enregistré l'amplitude du premier écho de l'échantillon en fonction du courant traversant la bobine, celui-ci variant linéairement dans le temps.

Pour chaque orientation de $\vec{H}$, nous avons vérifié que les raies ont la même position, que le champ soit croissant ou décroissant. Lorsque ce n'était pas le cas, nous recommandons l'essai avec une vitesse de variation du champ plus faible. Ne connaissant pas l'orientation de l'axe $\vec{c}$, nous avons effectué de nombreux enregistrements, en faisant varier la direction du champ magnétique sur plus de 180° et en suivant le déplacement des différentes

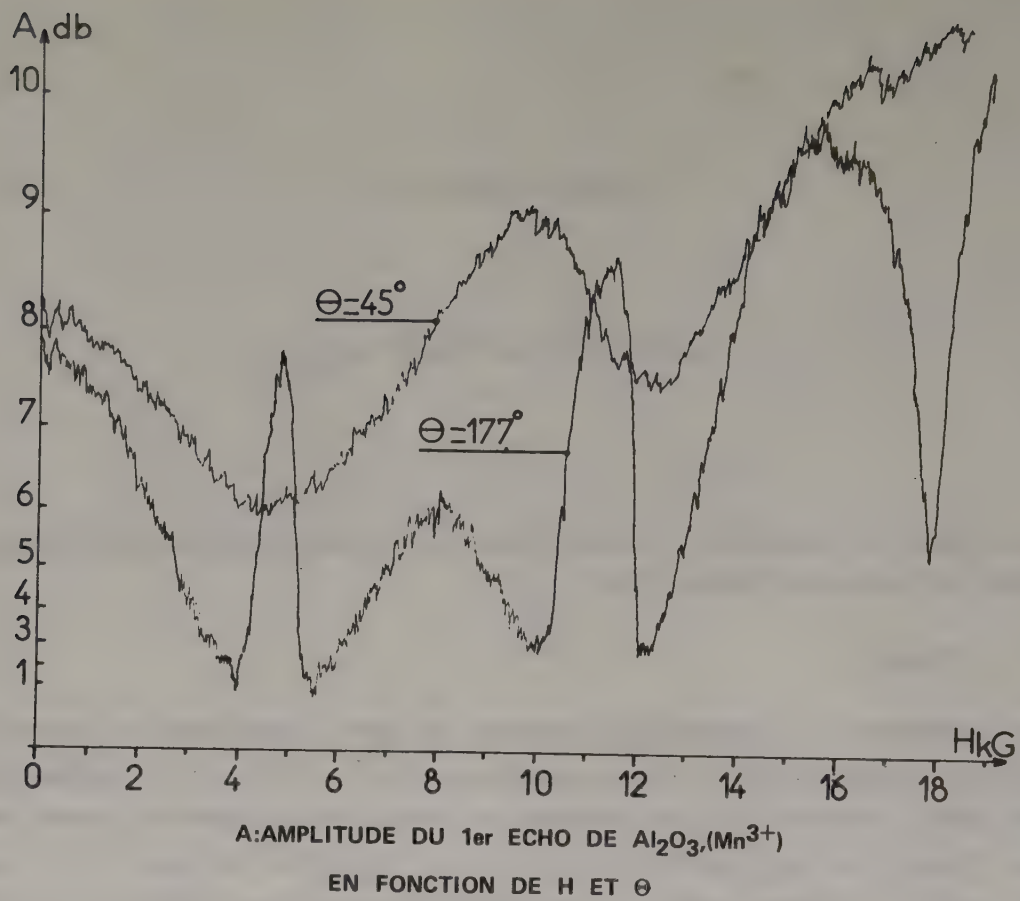


FIGURE N° 34

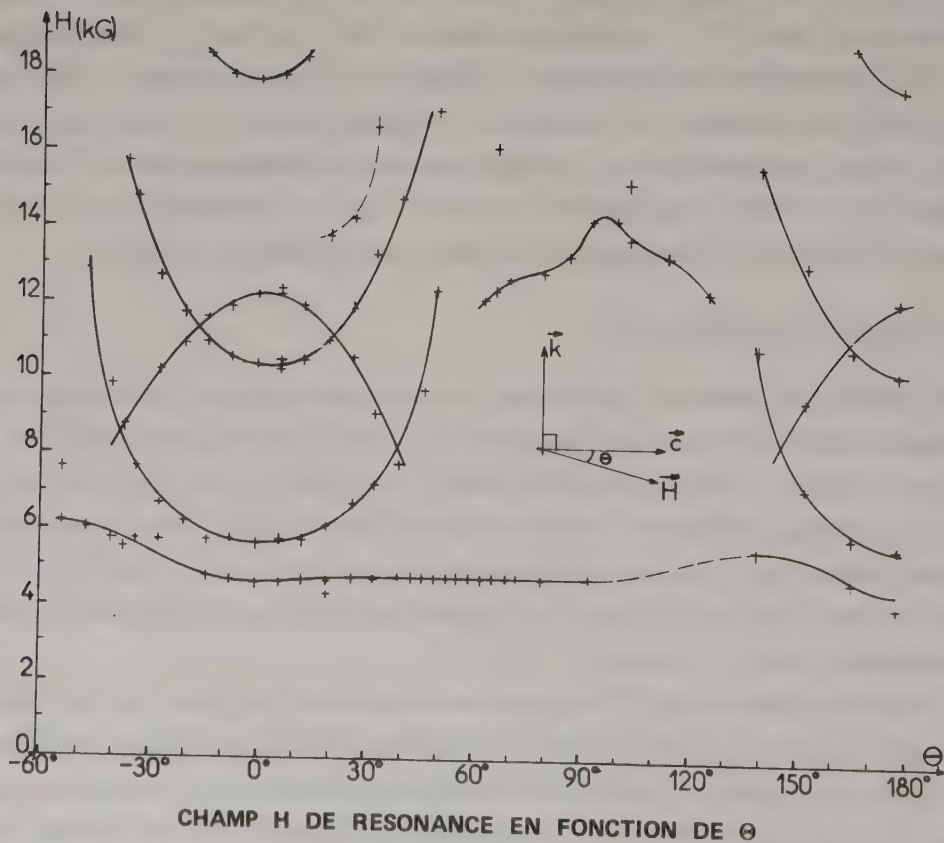


FIGURE N° 35

raies. A titre d'exemple, nous donnons sur la figure 34 deux spectres obtenus à 4,2°K pour deux orientations différentes ; ils permettent de voir la déformation des raies et laissent supposer la difficulté qu'il y a à suivre une raie donnée. Nous retrouvons (figure 34) la dissymétrie des raies, signalée par GUERMEUR et al.

Nous avons tracé le diagramme des champs de résonance sur la figure 35 ; nous avons choisi comme position O celle où les raies sont les plus fines ; elle correspond très probablement au cas $\vec{H}$ parallèle à $\vec{c}$. Nous obtenons ainsi cinq courbes de résonance, que nous repérons par la valeur du champ de résonance pour l'orientation O.

La raie à 4650 gauss ± 100 semble presque isotrope, mais n'est pas symétrique par rapport à l'axe c.

Les raies à 5650 gauss ± 100 , à 10 300 gauss ± 100 , à 12 200 gauss ± 100 sont d'allure tout à fait analogue à celles observées par GUERMEUR et al. dans le rubis irradié à 6620 gauss ± 100 , à 7500 gauss ± 100 et à 11 000 gauss ± 100 . Ces trois raies sont sensiblement symétriques par rapport à la position O : les champs de résonance et les intensités sont les mêmes pour les angles θ et $-\theta$.

La raie à 17800 gauss ± 100 semble symétrique, mais l'exploration en champ est trop limitée pour que nous puissions conclure de façon certaine.

Aucune de ces courbes $H(\theta)$ ne semble pouvoir être décrite par une loi simple.

Les intensités des différentes raies dans la position O sont comparables et de l'ordre de 10 db/cm.

Deux spectres ont été tracés à 10 et 15°K pour une même orientation. Nous retrouvons toujours les mêmes raies, et le niveau moyen du signal semble croître avec la température et le champ magnétique.

Nous avons effectué les mêmes enregistrements sur un échantillon d' Al_2O_3 vierge de même origine, et nous avons pu constater l'absence totale de raies.

IV.3 - Essai d'interprétation

Le résultat précédent nous laisse supposer que les raies observées sont dues au manganèse et plus précisément à Mn^{3+} ; en effet, les autres états d'ionisation possibles, Mn^{2+} et Mn^{4+} , correspondent à des ions de KRAMERS, peu couplés au réseau, comme l'a montré E.B. TUCKER [20] avec Cr^{3+} . Par ailleurs, nous retrouvons les mêmes formes de raies que GUERMEUR et al., ce qui tiendrait à dire que leurs raies à 6620, 7500 et 11 000 gauss sont dues à Cr^{2+} , isoélectronique de Mn^{3+} .

Nous effectuons un premier calcul (voir Annexe I) dans le cas simple où $\vec{H}$ est parallèle à $\vec{c}$, ce qui nous conduit au schéma de niveau de la figure 36, où il apparaît qu'aucune de nos raies ne concorde avec nos observations pour des phonons à 8610 MHz, soit $0,287 \text{ cm}^{-1}$ en énergie.

Une étude en fonction des différents paramètres entrant dans le calcul pourrait être faite, mais il n'est guère probable qu'elle rende compte de la présence des cinq raies de même intensité, de 4°K à 15°K au moins. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que certains ions Mn^{3+} occuperaient des sites à géométrie différente ; il est aussi possible d'expliquer ceci en considérant que l'ion Mn^{3+} est soumis à l'effet JAHN - TELLER, ainsi que le suggère J.R. FLETCHER [21], pour l'ion isoélectronique Cr^{2+} dans MgO.

CONCLUSION

Nous avons résolu le problème posé de la réalisation d'un appareil de mesure de l'atténuation des hypersons avec deux paramètres extérieurs variables : la température et le champ magnétique (en intensité et direction dans un plan perpendiculaire à $\vec{k}$). Les performances de cet appareil sont tout à fait satisfaisantes, en particulier en ce qui concerne la sensibilité. En effet, nous avons couramment obtenu des signaux de l'ordre de 75 à 80 db au-dessus du bruit de fond, en raison de la valeur élevée du facteur de conversion η_g^{-1} et de la puissance d'amorçage de la cavité ; ceci représente un gain de 10 à 15 db sur les valeurs généralement admises.

D'autre part, la nouvelle technique de liaison quartz-échantillon que nous proposons, tout en donnant de bons résultats au point de vue de l'amplitude des signaux, simplifie beaucoup le travail des expérimentateurs et son taux de réussite est élevé.

Par ailleurs, nous avons noté certains problèmes dans la mesure précise de l'absorption : l'influence de la dispersion de la vitesse de phase sur l'absorption, la variation des caractéristiques acoustiques de la liaison quartz-échantillon avec le champ magnétique et la température ; ces phénomènes demandent à être étudiés en détail et nous proposons une modification du dispositif expérimental dans ce but.

Enfin, notre appareil nous a permis d'effectuer des mesures en R.P.A. dans de bonnes conditions. L'étude des résultats devra être approfondie et d'autres essais sont possibles à température variable, pour des fréquences de signaux et des orientations du champ magnétique différentes.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] BARANSKII K.N.
Doklady Akad. 95 R 114, 1957, 517
- [2] JACOBSEN E.H.
Phys. Rev. Letters, 1959, 2, 249
- [3] BÖMMEL H.E., DRANSFELD K.
Phys. Rev., March I 1960, 117, 5
- [4] FUJISAWA K.
I.R.E. Trans. Microwave Theory Tech.
1958, 6, 344-358
- [5] CARR P.H.
The J. of Acoustical Society of America,
1967, 41, 1, 75-83
- [6] HAMILTON R.
Klystrons and microwaves Triodes M.I.T.
Radiation Laboratory Series, M.C. Grow Hill, New-York,
1948, VII, 79
- [7] CARR P.H., STRONBERG M.W.P.
J. Phys. Chem. Solids, 1962, 23, 923-937
- [8] GATE E.
Proceedings of the I.E.E., October 1964, 1129-1137
- [9] DOULAT J.
Note interne CENG-PCBT/1968
Deward pour Bobinage Supraconducteur
- [10] WHITE G.K.
Experimental Techniques in Low Temperature Physics
Oxford at the Clarendon Press, 1968
- [11] LACAZE A.
Cours sur les Très Basses Températures
CNRS Grenoble, 1968
- [12] JOHNSON V.
Properties of materials at Low Temperatures (Phase I)
A Compendium Oxford Pergamon Press, 1961
- [13] WEIL L.
Elements des Echanges Thermiques
Paris Gauthier-Villars, 1965
- [14] WEIL L.
Cours d'Echanges Thermiques à l'Institut
Polytechnique de Grenoble, 1964

- [15] PIERRE J.
Notes internes CENG-PCBT/1966
Ampli 0,1 V à courant continu, Régulation de température
- [16] NEUMAÏER K.
Thèse Docteur es Sciences Physiques,
Faculté des Sciences de Grenoble, 1969
- [17] JACOBSEN E.H.
Experiments with Phonons at Microwaves Frequences
Quantum Electronics, Columbia University, 1960, 469-483
- [18] JOFFRIN J.
Thèse Docteur es Sciences Physiques,
Faculté des Sciences de Paris, 1965
- [19] GUERMEUR R., JOFFRIN J., LEVELUT A., PENNE J.
C.R. Acad. Sci. Paris, Janvier 1967, 264, 407-410
- [20] TUCKER E.B.
Phys. Rev. Letters, Feb. 15 1961, 6, 4, 183-185
- [21] FLETCHER J.R.
Ph. D. These, Nottingham University, 1967
- [22] de GOËR A.M.
Thèse de Docteur es Sciences Physiques
Faculté des Sciences de Grenoble, 1969

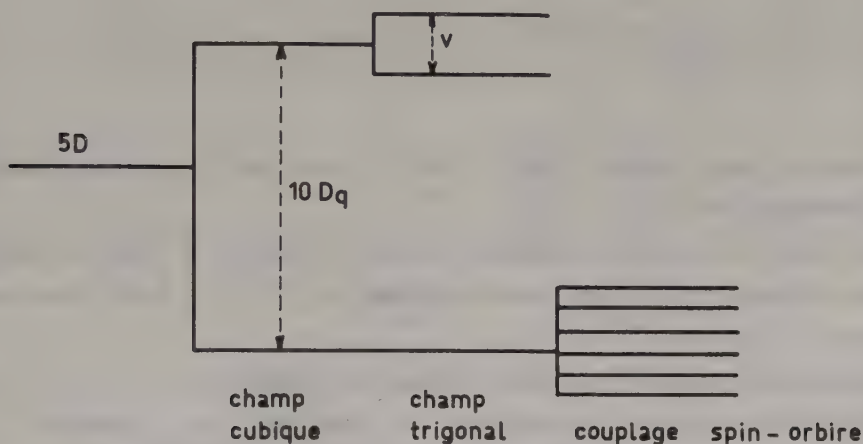
Manuscrit reçu le 26 novembre 1969

ANNEXE AU CHAPITRE IV

Calcul des niveaux issus du fondamental 5D des ions Mn^{3+} et Cr^{2+} dans Al_2O_3 sous champ magnétique.

Nous nous référons au calcul effectué par Madame A. M. de GOER (note PCBT 167/68) en l'absence de H.

Le niveau fondamental de l'ion Mn^{3+} est un 5D , il correspond à $L = 2$ et $S = 2$, la dégénérescence totale (orbite + spin) est de 25. L'effet du champ trigonal de Al_2O_3 est de lever partiellement la dégénérescence, de même que le couplage spin-orbite. On déduit de la théorie des groupes le schéma de niveau suivant.



Le calcul des éléments de la matrice correspondant à l'hamiltonien de perturbation :

$\mathcal{H} = \mathcal{H}_c + \lambda \vec{L} \cdot \vec{S}$, dans la base $|M_L\rangle |M_S\rangle$ fait intervenir les paramètres Dq , V , V' , traduisant le champ cristallin et λ le couplage spin-orbite.

La matrice 25×25 peut se décomposer en trois sous-matrices 8×8 , 8×8 , 9×9 , qui ont été résolues numériquement pour $Dq = 2100 \text{ cm}^{-1}$, $\lambda = 90 \text{ cm}^{-1}$ et différentes valeurs de V et V' .

1 - Introduction du champ magnétique $\vec{H}$

Nous reprenons l'hamiltonien de perturbation total, mais nous introduisons maintenant le terme supplémentaire dû au champ magnétique

$$\mathcal{H} = \mathcal{H}_c + \mu_B \vec{H} (\vec{L} + 2 \vec{S}) + \lambda \vec{L} \cdot \vec{S}$$

Nous effectuons le calcul pour $\vec{H}$ parallèle à l'axe $\vec{C}$ de Al_2O_3 :

soit
$$\mathcal{H}' = \mu_B \vec{H} (\vec{L}_z + 2 \vec{S}_z)$$

est exprimé dans la base qui diagonalise $\mathcal{H}$ cubique et dont les vecteurs de base sont :

$$|\alpha\rangle = \frac{1}{\sqrt{3}} (|2\rangle + \sqrt{2}|1\rangle)$$

$$|\beta\rangle = \frac{1}{\sqrt{3}} (|1\rangle - \sqrt{2}|2\rangle)$$

$$|0\rangle$$

$$|\gamma\rangle = \frac{1}{\sqrt{3}} (\sqrt{2}|2\rangle - |1\rangle)$$

$$|\delta\rangle = \frac{1}{\sqrt{3}} (\sqrt{2}|1\rangle - |2\rangle)$$

L_z est diagonal dans la base $|M_L\rangle |M_S\rangle$ ainsi que S_z , il faut donc $\begin{pmatrix} \Delta m_L = 0 \\ \Delta m_S = 0 \end{pmatrix}$ pour obtenir des éléments non nuls.

Ceci nous permet de calculer aisément les termes dus à $\vec{H}$ dans la matrice 25×25 , elle peut encore se décomposer en trois sous-matrices 8×8 , 8×8 , 9×9 , que nous donnons ci-après, ayant posé $a = \mu_B H$.

Nous effectuons un premier calcul en prenant les valeurs de V et V' déterminées d'après les résultats de conductibilité thermique $V = 1800 \text{ cm}^{-1}$, $V' = 850 \text{ cm}^{-1}$ et en faisant varier H , ce qui nous conduit au schéma de niveaux de la figure 36.

Matrice A

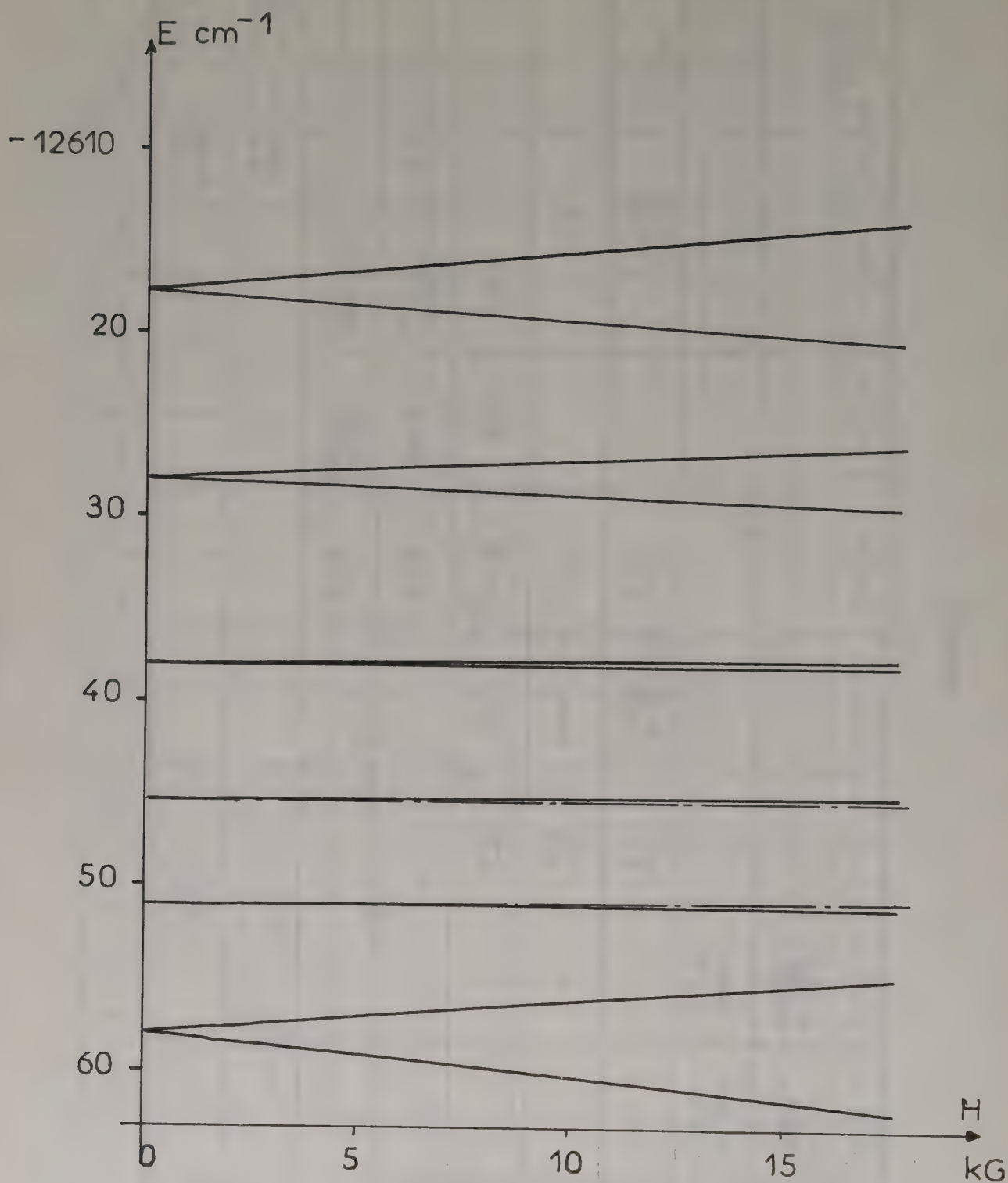
	$ \alpha\rangle 2\rangle$	$ \gamma\rangle 2\rangle$	$ 0\rangle 1\rangle$	$ \delta\rangle 0\rangle$	$ \beta\rangle 0\rangle$	$ \alpha\rangle -1\rangle$	$ \gamma\rangle -1\rangle$	$ 0\rangle 2\rangle$
$\langle \alpha < 2 $	$6 D q + 4 a$	$V' + 2\sqrt{2}\lambda + A\sqrt{2}$	2λ					
$\langle \gamma < 2 $	$V' + 2\sqrt{2}\lambda + a\sqrt{2}$	$-4Dq + \frac{V}{3} + 2\lambda + 4 a$	$- 2 \lambda$					
$\langle 0 < 1 $	2λ	$-\sqrt{2}\lambda$	$\frac{-4Dq - \frac{2V}{3}}{+ 2 a}$	$\sqrt{3} \lambda$	$-\sqrt{6} \lambda$			
$\langle \delta < 0 $			$\sqrt{3} \lambda$	$\frac{V}{-4Dq + \frac{V}{3}}$	$V' - a\sqrt{2}$	$\sqrt{6} \lambda$		
$\langle \beta < 0 $			$-\sqrt{6} \lambda$	$V' - a\sqrt{2}$	$6 D q$		$-\sqrt{6} \lambda$	
$\langle \alpha < -1 $				$\sqrt{6} \lambda$		$6Dq - 2a$	$\frac{V' - \sqrt{2}\lambda}{+ a\sqrt{2}}$	2λ
$\langle \gamma < -1 $					$- 6 \lambda$	$\frac{V' - \sqrt{2}\lambda}{+ a\sqrt{2}}$	$\frac{V}{-4Dq + \frac{V}{3}} - \lambda - 2a$	$-\sqrt{2} \lambda$
$\langle 0 < -2 $						2λ	$-\sqrt{2} \lambda$	$\frac{-4Dq - \frac{2V}{3}}{- 4 a}$

Matrice B

	$ \beta\rangle -2\rangle$	$ \delta\rangle -2\rangle$	$ 0\rangle -1\rangle$	$ \gamma\rangle 0\rangle$	$ \alpha\rangle 0\rangle$	$ \beta\rangle 1\rangle$	$ \delta\rangle 1\rangle$	$ 0\rangle 2\rangle$
$\langle\beta <-2 $	$\frac{6}{4} \frac{D}{a} q$	$\frac{V'+2}{-a} \frac{\sqrt{2}\lambda}{\sqrt{2}}$	-2λ					
$\langle\delta <-2 $	$\frac{V'+2}{-a} \frac{\sqrt{2}\lambda}{\sqrt{2}}$	$\frac{-4Dq+\frac{V}{3}+2\lambda}{-4a}$	$\sqrt{2}\lambda$					
$\langle 0 <-1 $	-2λ	$\sqrt{2}\lambda$	$\frac{-4Dq-\frac{2V}{3}}{-2a}$	$-\sqrt{3}\lambda$	$\sqrt{6}\lambda$			
$\langle\gamma <0 $			$-\sqrt{3}\lambda$	$-4Dq+\frac{V}{3}$	$V'+a\sqrt{2}$	$-\sqrt{6}\lambda$		
$\langle\alpha <0 $			$\sqrt{6}\lambda$	$V'+a\sqrt{2}$	$6Dq$		$\sqrt{6}\lambda$	
$\langle\beta <1 $				$-\sqrt{6}\lambda$		$6Dq+2a$	$\frac{V'-\sqrt{2}\lambda}{-a}\frac{\lambda}{\sqrt{2}}$	-2λ
$\langle\delta <1 $					$\sqrt{6}\lambda$	$\frac{V'-\sqrt{2}\lambda}{-a}\frac{\lambda}{\sqrt{2}}$	$\frac{-4Dq+\frac{V}{3}-\lambda}{+2a}$	$\sqrt{2}\lambda$
$\langle 0 <2 $						-2λ	$\sqrt{2}\lambda$	$\frac{-4Dq-\frac{2V}{3}}{+4a}$

Matrice C

	$ \alpha\rangle -2\rangle$	$ \gamma\rangle -2\rangle$	$ \delta\rangle -1\rangle$	$ \beta\rangle -1\rangle$	$ 0\rangle 0\rangle$	$ \alpha\rangle 1\rangle$	$ \gamma\rangle 1\rangle$	$ \delta\rangle 2\rangle$	$ \beta\rangle 2\rangle$
$\langle\alpha <-2 $	$6Dq-4a$	$\frac{V'-2\sqrt{2}\lambda}{+a\sqrt{2}}$	2λ						
$\langle\gamma <-2 $	$\frac{V'-2\sqrt{2}\lambda}{+a\sqrt{2}}$	$-\frac{4Dq+\frac{V}{3}}{-2\lambda-4a}$		-2λ					
$\langle\delta <-1 $	2λ			$\frac{V'-\sqrt{2}\lambda}{-a\sqrt{2}}$	$\sqrt{3}\lambda$				
$\langle\beta <-1 $		-2λ	$\frac{V'+\sqrt{2}\lambda}{-a\sqrt{2}}$	$6Dq-2a$	$-\sqrt{6}\lambda$				
$\langle 0 <0 $			$\sqrt{3}\lambda$	$-\sqrt{6}\lambda$	$-4Dq-\frac{2V}{3}$	$\sqrt{6}\lambda$	$-\sqrt{3}\lambda$		
$\langle\alpha <1 $					$\sqrt{6}\lambda$	$6Dq+2a$	$\frac{V'+\sqrt{2}\lambda}{+a\sqrt{2}}$	2λ	
$\langle\gamma <1 $					$-\sqrt{3}\lambda$	$\frac{V'+\sqrt{2}\lambda}{+a\sqrt{2}}$	$-\frac{4Dq+\frac{V}{3}}{+2a}$		-2λ
$\langle\delta <2 $						2λ		$-\frac{4Dq+\frac{V}{3}}{+4a}-2\lambda$	$\frac{V'-2\sqrt{2}\lambda}{-a\sqrt{2}}$
$\langle\beta <2 $							-2λ	$\frac{V'-2\sqrt{2}\lambda}{-a\sqrt{2}}$	$\frac{6Dq}{+4a}$



SCHEMA DE NIVEAUX EN FONCTION DU CHAMP H
PARALLELE A $\vec{c}$, D'APRES LE CALCUL

FIGURE n° 36

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué dans les laboratoires du Service de Physico-Chimie et Basses Températures du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble.

Je rends hommage à la mémoire du regretté Professeur WEIL et je remercie vivement Monsieur le Professeur DREYFUS, qui a bien voulu lui succéder pour la direction de mes travaux.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur le Professeur SOUTIF, qui a accepté de présider la Commission d'Examen, ainsi qu'à Monsieur le Professeur LACAZE et Monsieur BOCHIROL, Chef du Service de Physico-Chimie et Basses Températures, qui ont accepté de faire partie du Jury.

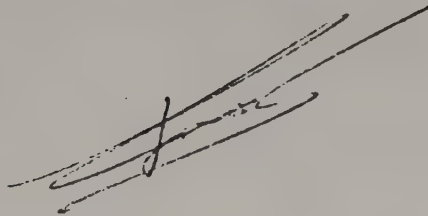
J'exprime toute ma reconnaissance à Madame de GOER pour son aide au cours de ce travail et surtout pour sa participation à la rédaction de ce mémoire.

Je remercie Messieurs DOULAT, CHEEKE, BUISSON et PIERRE pour leur aide technique et théorique.

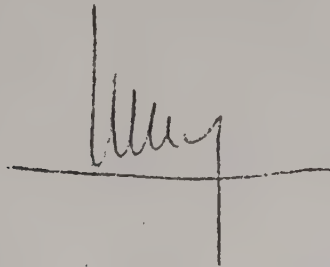
J'exprime ma gratitude à Messieurs JAUSSAUD et DISDIER pour leur participation et leur adresse mes souhaits de bonne continuation.

Enfin, que toute personne, qui m'a apporté son concours direct ou indirect trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Vu et approuvé
Grenoble, le 29 mai 1969
Le Président de la thèse

A handwritten signature in dark ink, consisting of several overlapping, slanted strokes, positioned above a horizontal line.

Vu
et Permis d'Imprimer
Le Doyen de la Faculté des Sciences
de Grenoble

A handwritten signature in dark ink, featuring a vertical line on the left and a series of horizontal, wavy strokes, positioned above a horizontal line.

